

Lire
la première partie
de la thèse

Chapitre 4

RÉSULTATS

Ce chapitre est consacré à l'étude des composites à base d'alumine contenant des nanoparticules métalliques (fer et fer-chrome) avec ou sans nanotubes de carbone. Leurs aptitudes en glissement, ainsi que leurs comportements en usure ont été comparés avec différentes alumines d'abord dans des conditions de fretting-usure puis de glissement alternatif.

Cette étude est complétée par d'autres essais de fretting utilisant un suivi par un système d'acquisition d'émission acoustique (E.A). Ces essais ont été utilisés pour identifier et suivre in situ les différentes réponses aux sollicitations au cours du frottement. Cette méthode a aussi été utilisée pendant les essais de glissement alternatif.

4.1. ESSAIS EN FRETTING

Le tableau 4.1 regroupe les essais réalisés en fretting à débattements libres pour les deux configurations différentes de chargement (charges progressives et charges constantes). L'alumine A99 a été conservée comme frotteur pour tous les essais. Certains essais ont été faits plusieurs fois afin de voir la reproductibilité des résultats. Le nombre d'essais de reproductibilité a été donné entre parenthèses à côté de ces essais.

TABLE 4.1: Matériaux étudiés en fretting (frotteur A99).

Matériaux	Charges progressives	Charges constantes
Al_2O_3	A99, A99S2, A100S, A99b	A99S2
Composites Al_2O_3 -FeCr	7FC1, 7FC2, 10FC1, 10FC2, 20FC2	7FC2 (2)
Composites Al_2O_3 -Fe-NTC	3N5F, 4N7F (3)	4N7F (3)

4.1.1. COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DES ALUMINES

Les couples d'alumine ont été testés comme couples de référence. Ces études ont été menées afin d'établir des valeurs de référence et les comparer ensuite à celles obtenues avec les nanocomposites. Les différentes alumines testées ont permis d'étudier l'influence de la méthode de frittage (frittage naturel et SPS), de la pureté de l'alumine (poudre additivée ou pure) et du mode de sollicitation (charges progressives et constantes). Enfin, des essais complémentaires sur échantillons A99 rugueux (état de livraison) ont été réalisés pour évaluer l'influence des états de surface.

a) Influence de la méthode de frittage

Dans le but de voir l'influence de la méthode de frittage, deux couples A99/A99 et A99/A99S2 obtenus à partir des mêmes poudres (poudres industrielles à 0,3 % MgO) ont été sollicités à charges progressives. Dans le premier couple, le disque est fritté naturel ; dans le deuxième couple, il est fritté par SPS. Les tableaux 4.2 et 4.3 regroupent l'effort tangentiel, le rapport Q/P , la distance de glissement et l'énergie dissipée pour chaque palier de charge. Pour chaque essai, on constate effectivement la réduction de la distance de glissement à chaque incrément de charge. L'effort tangentiel croît

également avec la charge. Le coefficient de frottement (rapport Q/P) est élevé pour les 2 couples lors des premiers paliers puis il se réduit puis reste sensiblement constant à chaque palier. On remarque que l'énergie dissipée E_{dt} à chaque palier suit d'abord une évolution croissante puis décroissante avec l'augmentation de la charge. On verra que ce phénomène se reproduira pour toutes les configurations d'essais. Pour ces deux derniers paramètres, on note que les valeurs sont toujours légèrement supérieures à celles obtenues avec l'alumine frittée naturelle.

TABLE 4.2: Paramètres de frottement du couple A99/A99 à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	2,84	2,61	7,40	0,47
9	3,87	2,43	9,39	0,43
12	5,15	1,80	9,26	0,43
15	6,40	2,00	12,82	0,43
18	7,69	1,67	12,87	0,43
21	9,04	1,47	13,32	0,43
24	10,49	1,10	11,55	0,44
30	13,50	0,65	8,74	0,45
36	14,88	0,36	5,38	0,41

TABLE 4.3: Paramètres de frottement du couple A99/A99S2 à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	3,00	2,68	8,40	0,50
9	4,50	2,44	10,98	0,50
15	6,80	1,92	13,06	0,45
18	8,30	1,56	12,95	0,46
21	9,50	1,48	14,06	0,45
24	11,30	1,44	16,27	0,47
27	12,30	1,28	15,74	0,46
30	13,60	0,92	12,51	0,45
33	14,60	0,48	7,01	0,44
36	15,90	0,36	5,72	0,44
39	16,00	0,06	0,96	0,41
42	16,50	0,04	0,66	0,39

Pour le couple A99/A99, l'évolution à charges progressives de la distance de glissement cumulée D_0 en fonction de la charge normale P est quasiment linéaire et décroissante

(fig. 4.1e). À 12 N, nous observons une légère chute en glissement, mais le comportement reprend sa linéarité aux charges plus importantes. Le seuil de grippage G obtenu par extrapolation à distance de glissement nulle est de l'ordre de 40 N. L'évolution de la force de frottement moyen Q en fonction de la charge normale P est également linéaire et donne un coefficient de frottement μ de 0,438 (fig. 4.1f) obtenu par régression linéaire en imposant une intersection avec l'origine.

Le couple A99/A99S2, étudié dans les mêmes conditions, suit aussi un comportement linéaire jusqu'au grippage. Le seuil de grippage G est de 42 N, légèrement plus haut par rapport à celui du A99/A99 (fig. 4.2e). Le coefficient de frottement μ reste proche de celui du couple A99/A99, mais légèrement supérieur, avec une valeur de 0,45 (fig. 4.2f). Le comportement des deux aluminés A99 et A99S2 est donc très proche. La différence de mode de frittage a repoussé le seuil de grippage en faveur de l'alumine obtenue par frittage flash, mais s'est traduite par l'augmentation du coefficient de frottement.

b) Influence de la pureté de l'alumine

Des essais avec un couple A99/A100S ont été effectués à charges progressives avec une alumine pure non additivée obtenue par SPS. Les résultats sont regroupés dans le tableau 4.4 et les figures 4.3a et b.

TABLE 4.4: Paramètres de frottement du couple A99/A100S à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	2,36	2,73	6,44	0,39
9	3,92	2,54	9,95	0,44
12	5,26	2,18	11,48	0,44
15	6,55	1,96	12,84	0,44
18	7,86	1,68	13,17	0,44
21	9,59	1,31	12,61	0,46
24	11,53	1,06	12,21	0,48
30	14,07	0,57	8,08	0,47

Les valeurs du coefficient de frottement moyen et du seuil de grippage sont très proches de celles obtenues avec le couple A99/A99S2, respectivement 0,46 et 39 N (fig. 4.3). Ainsi, la poudre industrielle additivée (0,3% MgO) et la poudre d'alumine pure semblent avoir le même comportement dans les conditions de fretting étudiées. Toutefois contrairement aux 2 couples précédents on note une croissance de Q/P avec la charge pour le couple A99/A100S.

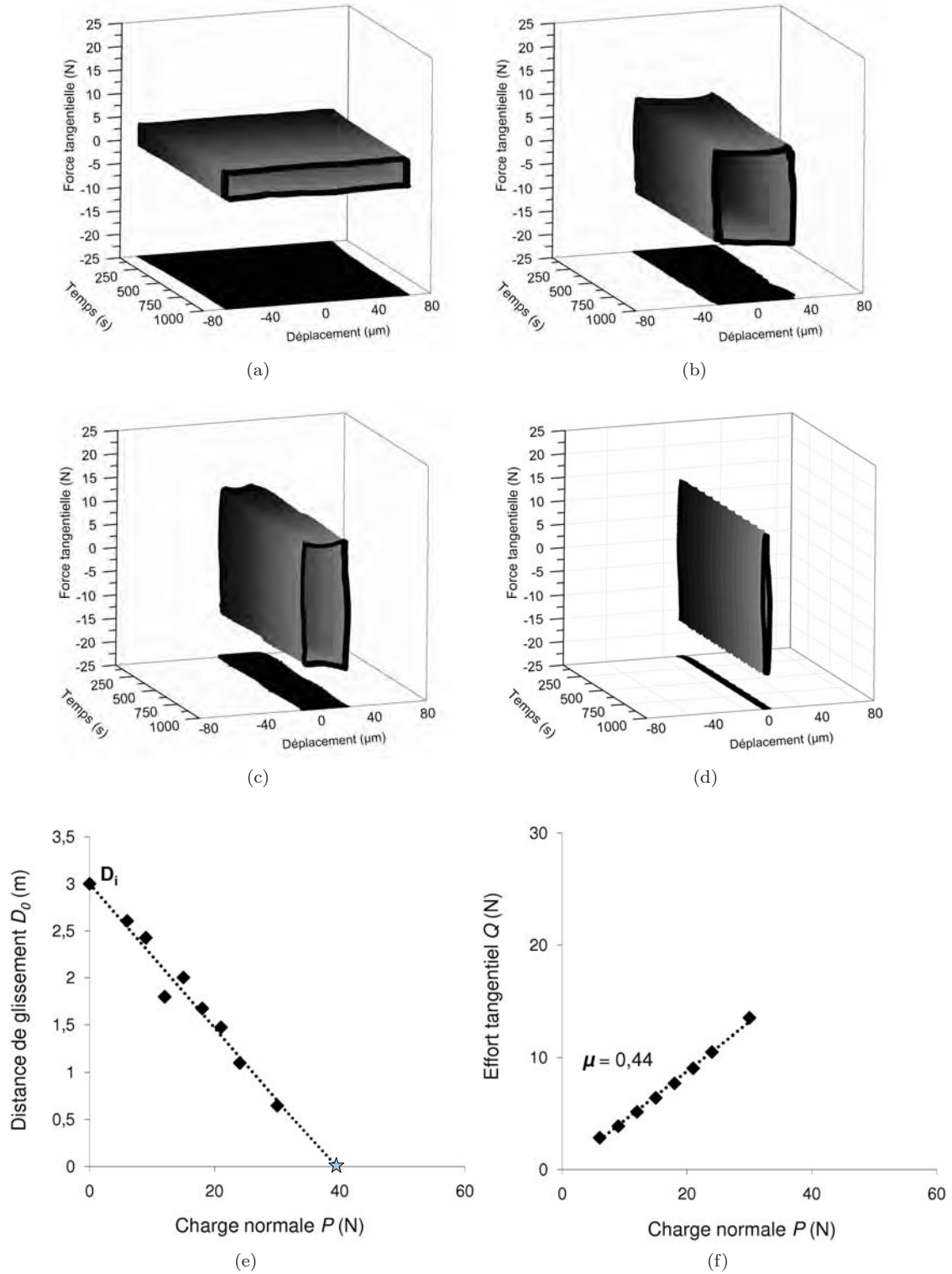


FIGURE 4.1: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/A99 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 24 N, (c) 30 N, (d) 36 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0 , et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

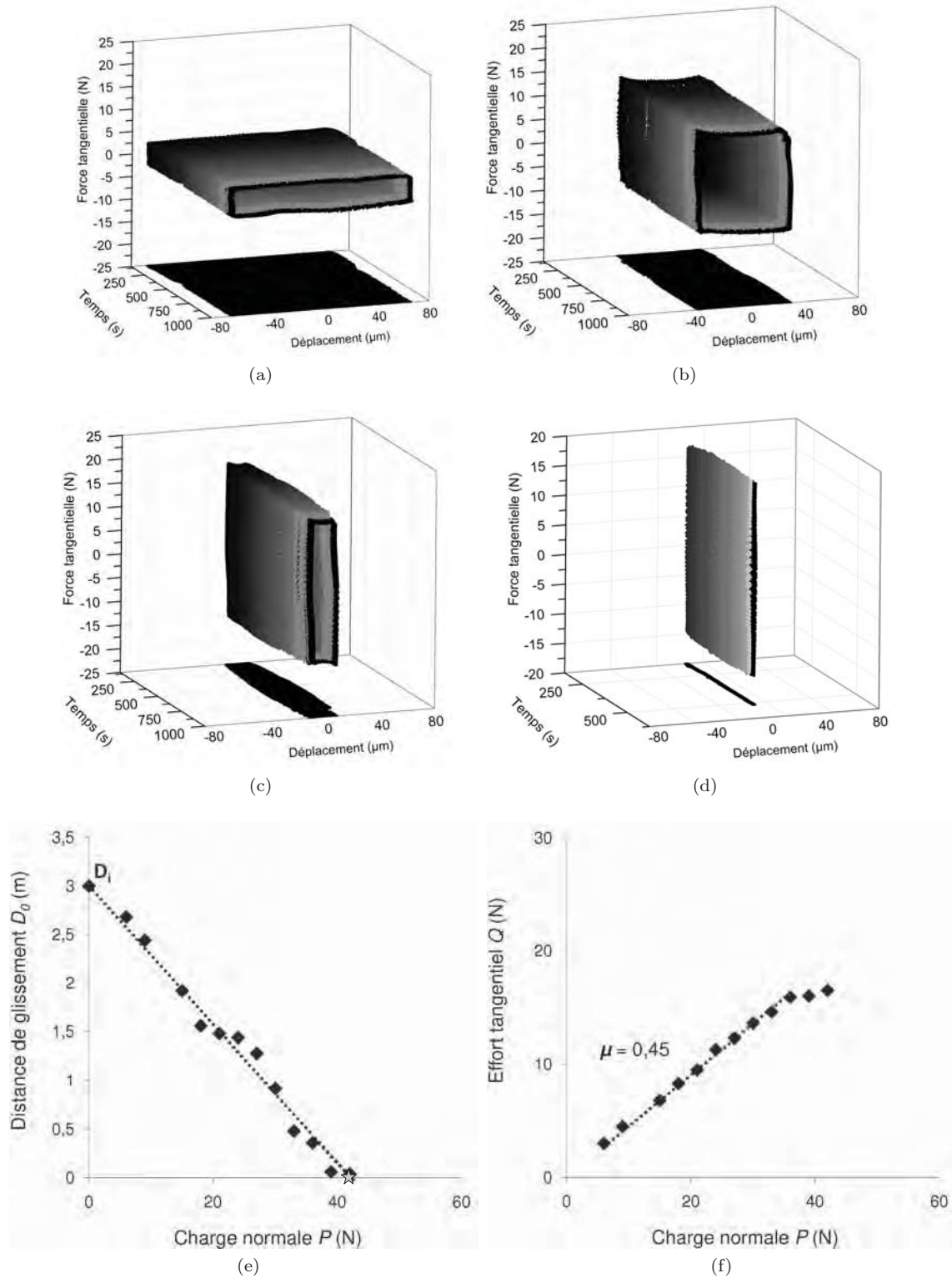


FIGURE 4.2: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/A99S2 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 24 N, (c) 36 N, (d) 39 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0 , et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

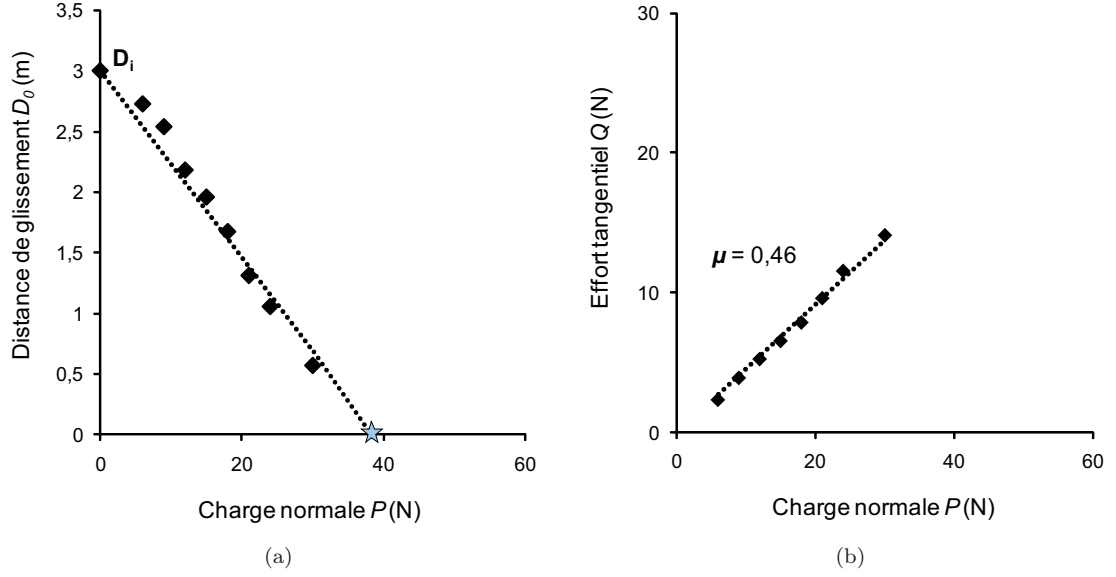


FIGURE 4.3: (a) Évolution de la distance de glissement D_0 pour le couple A99/A100S, et (b) effort tangentiel Q en fonction de la charge normale P en chargement progressif ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

c) Influence du mode de chargement

Dix essais à charges constantes comprises entre 12 et 54 N pendant $5 \cdot 10^4$ cycles, ont été réalisés avec le couple A99/A99S2 pour déterminer l'effet d'un mode de chargement classique sans variation de charge au long de l'essai par rapport à un mode de chargement progressif (tableau 4.5).

TABLE 4.5: Paramètres de frottement du couple A99/A99S2 à charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	15	0	0
12	6,30	10,80	68,04	0,53
18	8,80	9,40	82,72	0,49
24	9,90	7,80	77,22	0,41
30	12,20	5,00	61,00	0,41
36	14,40	3,60	51,84	0,40
39	14,40	3,80	54,72	0,37
45	17,70	1,00	17,70	0,39
49	16,90	1,00	16,90	0,34
51	16,90	0,80	13,52	0,33
54	16,00	0,40	6,40	0,30

Ces essais à charge constante montrent aussi une évolution linéaire pour D_0 et Q en fonction de la charge P jusqu'à 49 N. Le seuil de grippage déduit par extrapolation

linéaire donne une charge de l'ordre de 50 N (fig. 4.4c). Le coefficient de frottement moyen sur l'ensemble des essais sélectionnés avant le seuil de grippage est de 0,40 (fig. 4.4d). Par rapport à l'essai réalisé à charges progressives, le seuil de grippage est nettement repoussé vers une valeur élevée de la charge appliquée alors que le coefficient de frottement est sensiblement réduit.

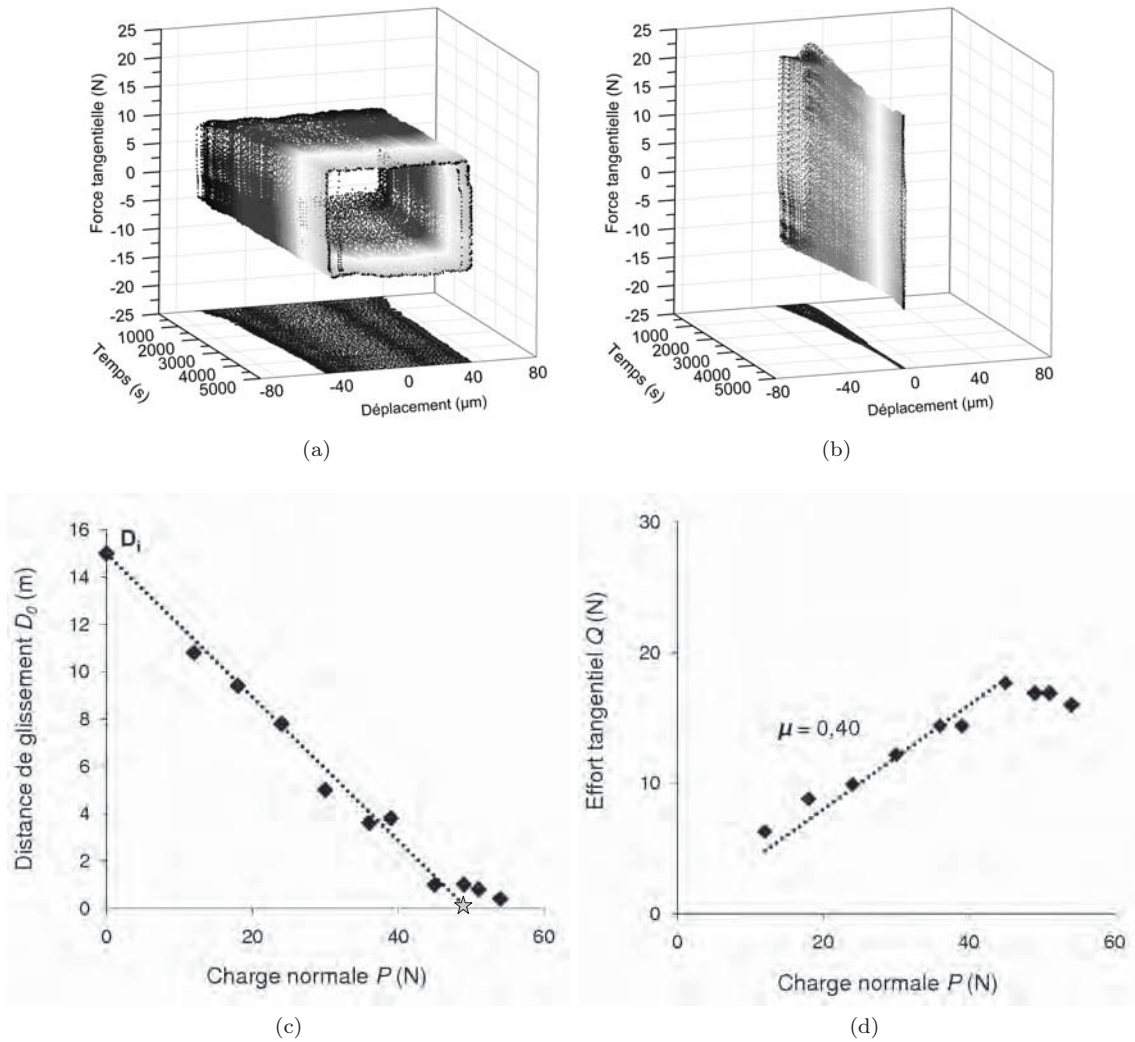


FIGURE 4.4: Bûches de fretting pour les charges constantes pour le couple A99/A99S2 (a) 18 N, (b) 49 N, (c) évolution de la distance de glissement D_0 , et (d) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

d) Influence de l'état de surface

Des essais avec un couple A99b/A99b ont été effectués à charges progressives. Le couple A99b/A99b a une rugosité R_q de $1,19 \pm 0,34 \mu\text{m}$ et $3,13 \pm 1,65 \mu\text{m}$, respectivement pour le disque et le frotteur. Les morphologies des surfaces de A99b sont montrées dans la fig. 4.5a et b.

Les résultats sont regroupés dans le tableau 4.6. L'allure de la courbe $D_0(P)$ est toujours linéairement décroissante, mais les valeurs obtenues sont plus dispersées (fig. 4.6a).

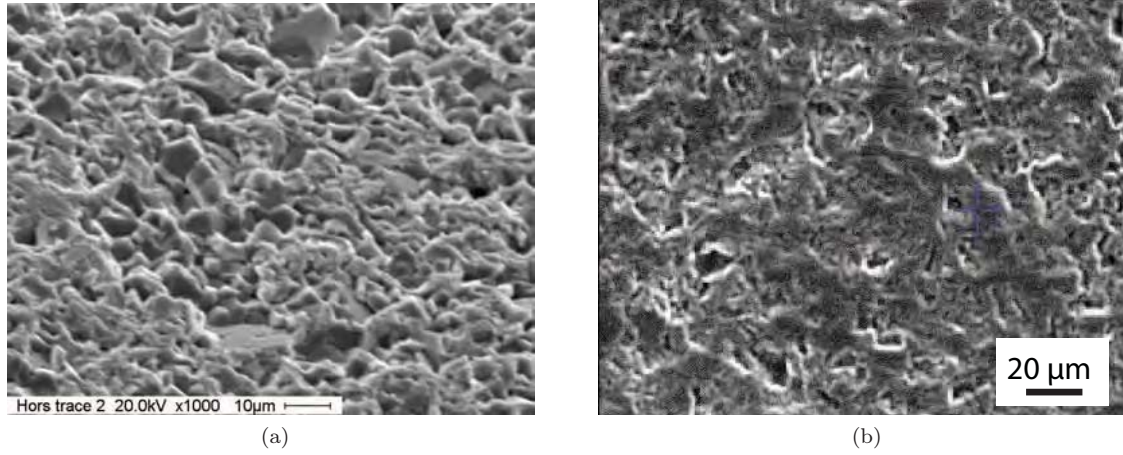
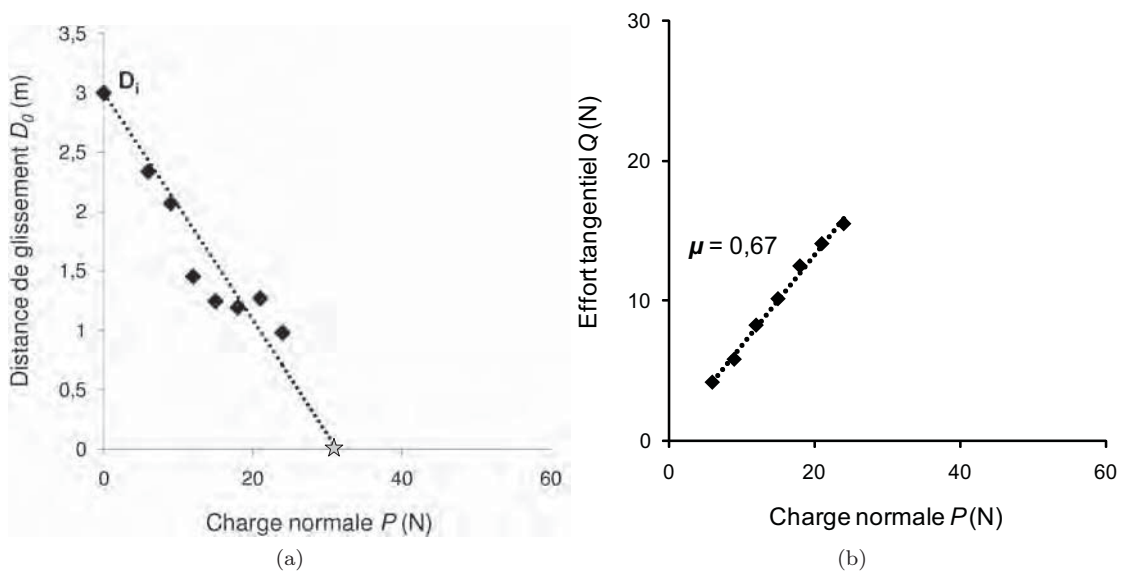


FIGURE 4.5: Morphologie de la surface (a) du disque et (b) du frotteur A99b.

TABLE 4.6: Paramètres de frottement du couple A99b/A99b à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	4,22	2,34	1,97	0,70
9	5,86	2,07	2,42	0,65
12	8,29	1,45	2,41	0,69
15	10,17	1,25	2,54	0,68
18	12,51	1,20	2,99	0,70
21	14,10	1,27	3,59	0,67
24	15,52	0,98	3,05	0,65

FIGURE 4.6: (a) Évolution de la distance de glissement D_0 pour le couple A99b/A99b, et (b) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P en chargement progressif ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

La distance de glissement D_0 diminue brutalement à 12 N, et se stabilise à une valeur sensiblement constante jusqu'à 21 N, puis elle reprend un régime linéaire de variation. De même, comparée à l'alumine A99 polie, le coefficient de frottement augmente de 0,44 à 0,67 soit une élévation de 50% (fig. 4.6b), et le seuil de grippage chute également de 39 N à 31 N soit 20 % de réduction. Une rugosité importante entraîne donc un comportement fortement altéré du couple de fretting.

e) Influence de l'ouverture du contact

Un essai complémentaire à charges progressives a été réalisé avec l'alumine A99S2. Cet essai est réalisé sans interruption et sans ouverture de contact entre chaque palier (chargement par voie liquide). Il débute par un palier de $6 \cdot 10^3$ cycles, puis continue avec un incrément de la force normale de 1,5 N tous les $3 \cdot 10^3$ cycles (fig. 4.7).

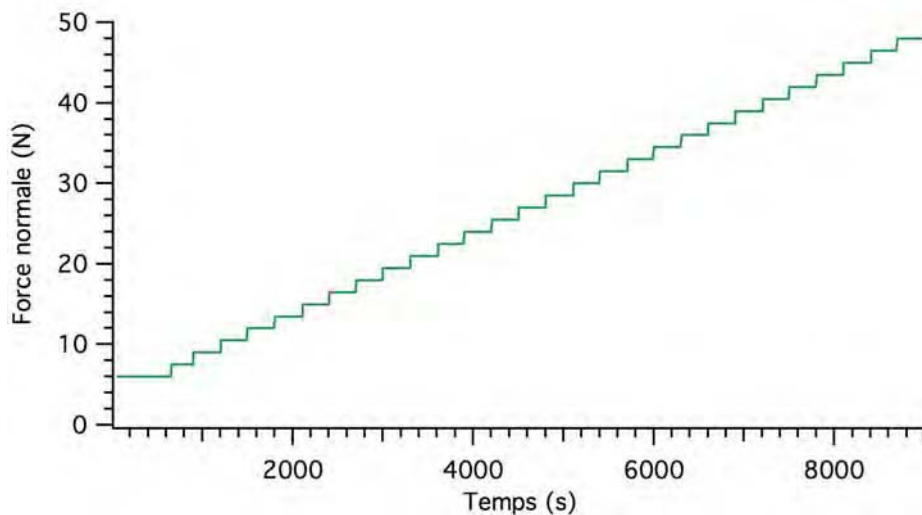


FIGURE 4.7: Paliers de charge appliqués pendant les essais à charges progressives continues : A99/A99S2. Palier initial à 6 N pendant 10 min, paliers suivants 5 min à chaque charge jusqu'au grippage.

Le tableau 4.7 et la bûche de fretting caractéristique de cet essai (fig. 4.8a), montrent de nouveau une réduction régulière du débattement et une augmentation similaire de l'effort tangentiel.

Cependant, les tracés des courbes $D_0(P)$ et $\mu(P)$ montrent de légers infléchissements par rapport à la droite moyenne : le seuil de grippage est progressivement repoussé vers des valeurs plus élevées alors que la force tangentielle s'incurve dans le même temps vers des valeurs moins élevées (fig. 4.8b et 4.8c).

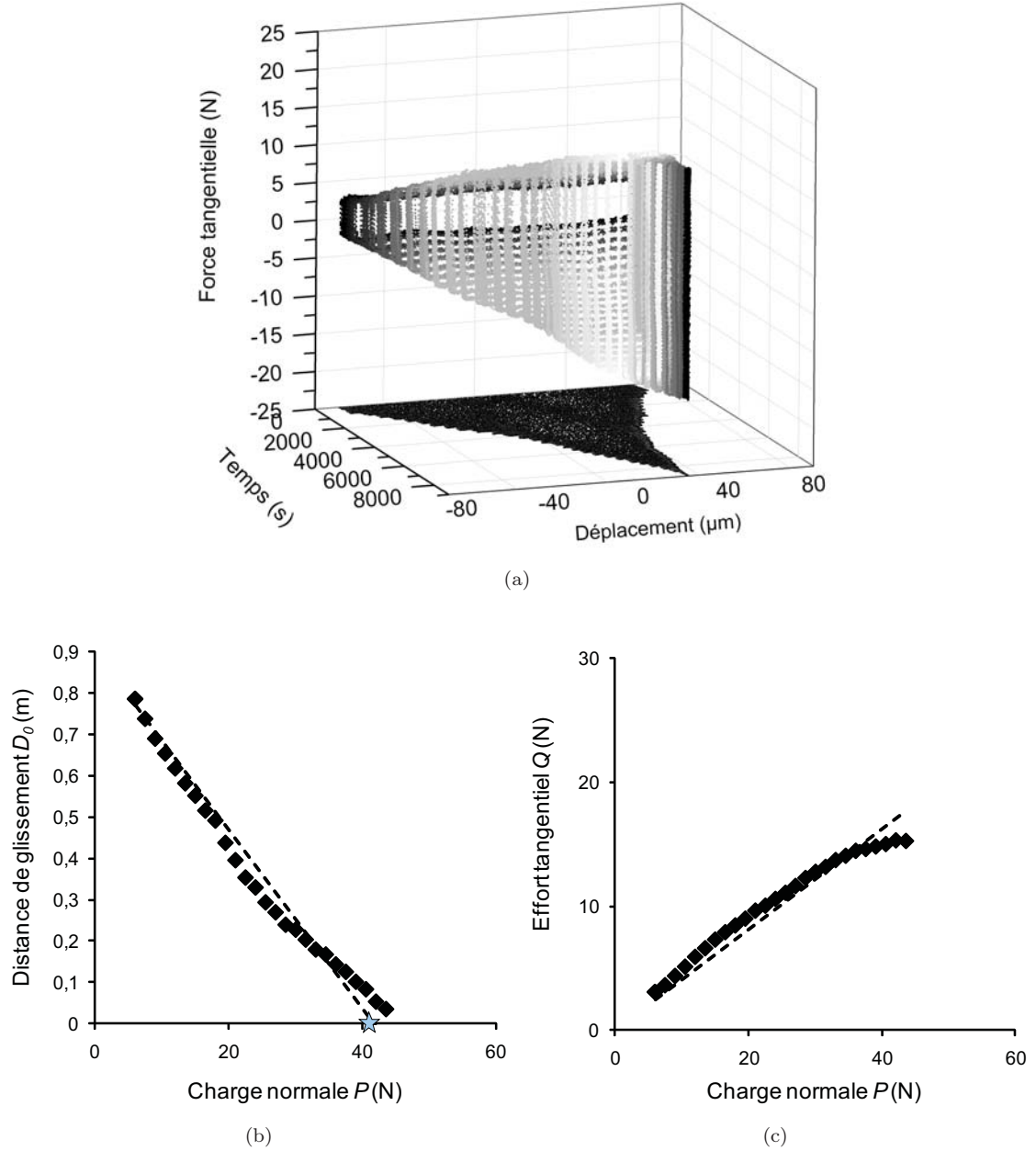


FIGURE 4.8: (a) Bûche de fretting du couple A99/A99S2 à charges progressives sans ouverture du contact, (b) évolution de la distance de glissement D_0 , et (c) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 3 \cdot 10^3$ cycles par palier).

4.1.2. MODÉLISATION PARAMÉTRIQUE

a) Mise en place du modèle

Le comportement général des alumines étudiées montre des évolutions linéaires à la fois de la distance de glissement et de l'effort tangentiel en fonction de la charge appliquée. Ce constat a permis la détermination d'un seuil de grippage et d'un coefficient de frottement moyen pour toutes les configurations étudiées. Nous avons donc défini

TABLE 4.7: Paramètres de frottement du couple A99/A99S2 en chargement progressif continu ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 3 \cdot 10^3$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangential Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
6	3,05	1,58	4,80	0,51
7,5	3,6	0,74	2,66	0,48
9	4,35	0,69	3,00	0,48
10,5	5,1	0,65	3,34	0,49
12	5,9	0,62	3,65	0,49
13,5	6,6	0,58	3,84	0,49
15	7,3	0,55	4,03	0,49
16,5	7,9	0,52	4,08	0,48
18	8,45	0,49	4,16	0,47
19,5	9	0,44	3,94	0,46
21	9,65	0,40	3,82	0,46
22,5	10,05	0,35	3,56	0,45
24	10,6	0,33	3,50	0,44
25,5	11,1	0,29	3,26	0,44
27	11,65	0,27	3,15	0,43
28,5	12,3	0,24	2,95	0,43
30	12,8	0,23	2,92	0,43
31,5	13,2	0,20	2,69	0,42
33	13,75	0,18	2,48	0,42
34,5	14,1	0,17	2,37	0,41
36	14,5	0,14	2,09	0,40
37,5	14,65	0,13	1,85	0,39
39	14,85	0,10	1,51	0,38
40,5	15,05	0,08	1,26	0,37
42	15,35	0,05	0,83	0,37
43,5	15,3	0,04	0,55	0,35
45	15,5	0,02	0,28	0,34
46,5	15,52	0,01	0,18	0,33
48	15,15	0,01	0,09	0,32

simplement chaque type d'essai par différents paramètres tribologiques pertinents à partir de cette hypothèse de linéarité (fig. 4.9a, b, c).

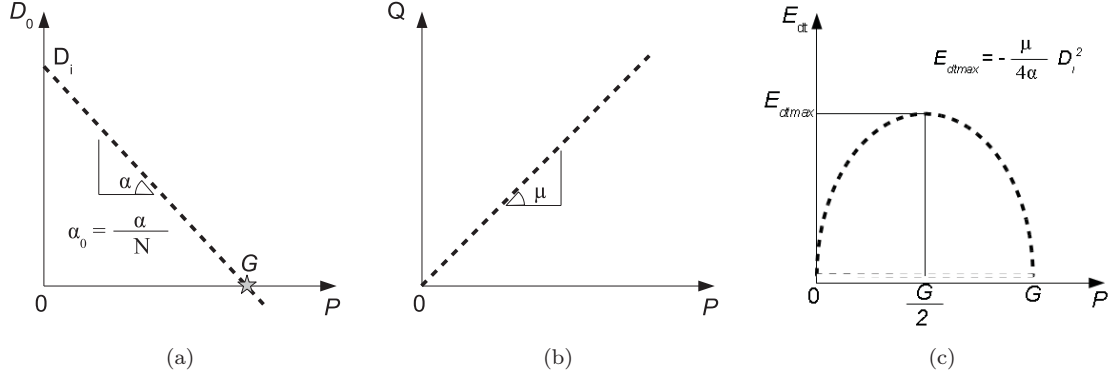


FIGURE 4.9: Courbes de modélisation de la distance parcourue D_0 , de l'effort tangentiel Q et de l'énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge P .

L'hypothèse de linéarité fournit les deux équations suivantes (éq. 4.1 et 4.2) pour la distance de glissement D_0 et la force tangentielle Q (fig. 4.9a et b).

$$D_0 = \alpha P + D_i \quad (4.1)$$

$$Q = \mu P \quad (4.2)$$

Le terme α correspond à la pente de la courbe de la fonction $D_0(P)$. Il dépend de la durée de l'essai, autrement dit, du nombre de cycles N . Il est donc plus intéressant de faire apparaître ce paramètre en posant une nouvelle hypothèse de proportionnalité, soit :

$$D_0 = N\alpha_0 P + D_i \quad (4.3)$$

avec $\alpha_0 = \frac{\alpha}{N}$ que l'on assimilera à un taux de glissement.

La distance parcourue à charge nulle D_i correspond à l'ordonnée à l'origine de cette droite affine. Elle dépend également du nombre de cycles et se calcule comme :

$$D_i = 4N\delta_i \quad (4.4)$$

Cette distance D_i correspond à 3 m pour les paliers de 10^4 cycles à charges progressives et à 15 m pour les essais de $5 \cdot 10^4$ cycles à charges constantes. Elle n'est que de 0,9 m pour l'essai à charges progressives continues. L'extrapolation de la droite $D_0(P)$ à distance nulle donne le seuil de grippage selon la relation :

$$G = -\frac{D_i}{\alpha} \quad \text{ou} \quad G = -\frac{4\delta_i}{\alpha_0} \quad (4.5)$$

La pente μ de la courbe $Q(P)$ dans le domaine de glissement est le coefficient de frottement moyen obtenu précédemment. En s'appuyant sur les observations des cycles de fretting $\delta(Q)$ quasi rectangulaires (rigidité de contact considérée comme infinie), nous pouvons calculer l'énergie dissipée dans le contact à partir des paramètres précédents :

$$E_{dt} = \sum_{i=1}^N 2Q_i 2\delta_{0i} \approx Q(P) \cdot D_0(P) = \mu P (N\alpha_0 P + D_i) = E_{dt}(P) \quad (4.6)$$

Cette expression $E_{dt}(P)$ conduit à une relation du second ordre en P , c'est-à-dire à une parabole coupant l'axe des abscisses en 0 et en G . Cette parabole présente un maximum au point de coordonnées $E_{dt_{max}}$ (fig. 4.9c) :

$$E_{dt_{max}} = -\frac{\mu}{4N\alpha_0} D_i^2 \quad \text{à} \quad P = -\frac{D_i}{2N\alpha_0} \quad (4.7)$$

Ces expressions peuvent encore s'écrire comme :

$$E_{dt_{max}} = -\frac{4\mu}{\alpha_0} N\delta_i^2 \quad \text{à} \quad P = \frac{G}{2} \quad (4.8)$$

Cette énergie dissipée maximale $E_{dt_{max}}$ est proportionnelle au nombre de cycles N . Il est donc intéressant de comparer les essais en ramenant ces paramètres pour un cycle unique :

$$\frac{E_{dt_{max}}}{N} = -\frac{4\mu}{\alpha_0} \delta_i^2 \quad \text{soit} \quad \frac{E_{dt_{max}}}{N} = \mu G \delta_i \quad (4.9)$$

Ainsi l'énergie maximale que peut dissiper le contact dans un cycle est proportionnelle au produit du coefficient de frottement μ par le seuil de charge G (le déplacement initial δ_i étant ici une constante).

La figure 4.10 montre les courbes de l'énergie totale dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les différents essais réalisés avec les alumines ainsi que leur courbe de modélisation associée. On constate une assez bonne corrélation entre points expérimentaux et courbe théorique, même si des décrochements significatifs peuvent se produire en cas d'instabilité du contact comme pour le cas d'alumines rugueuses A99b (fig. 4.10).

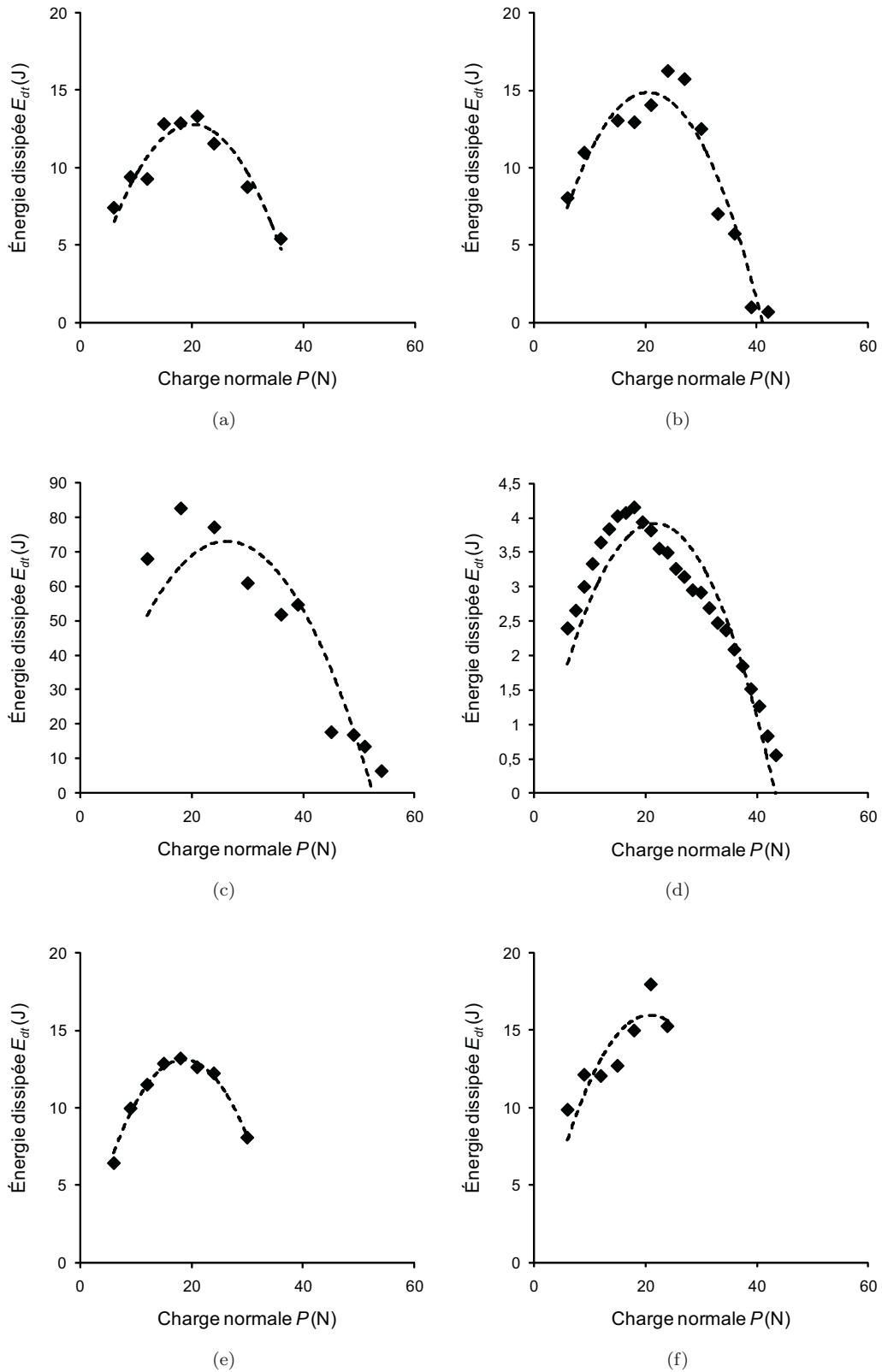


FIGURE 4.10: Évolution de la énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les 6 essais étudiés ainsi que la courbe de modélisation (a) A99/A99 charges progressives, (b) A99/A99S2 charges progressives, (c) A99/A99S2 charges constantes, (d) A99/A99S2 charges progressives sans ouverture du contact, (e) A99/A100S charges progressives, (f) A99b/A99b charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

b) Implication du modèle

Cette démarche a cependant tendance à fortement moyennner les effets locaux, mais à faciliter les comparaisons et permet surtout de prévoir le comportement de couples des matériaux étudiés pour d'autres conditions de fretting non réalisées au cours du présent travail.

Ainsi, le premier palier de charge pour l'échantillon A99S2 a été effectué à 6 N pendant 10^4 cycles alors que le premier essai à charge constante a été menée à 12 N pendant $5 \cdot 10^4$ cycles. Les équations précédentes permettent de comparer ces deux conditions de chargement en calculant la distance parcourue D_0 d'un essai à charge constante de 6 N pendant 10^4 cycles :

$$D_0 = (\alpha_0 P + 4\delta_i) N \quad \text{soit} \quad (4.10)$$

$$D_0 = (-6,06 \cdot 10^{-6} \cdot 6 + 4 \cdot 75 \cdot 10^{-6}) 10^{-4} = 2,64 \text{ m}$$

Cette valeur est à comparer avec les 2,68 m obtenue dans les mêmes conditions pour le premier palier en charge progressive soit une différence de 1,5 %.

En termes d'énergie dissipée, nous suivons la même méthode :

$$E_{dt} = (\alpha_0 P + 4\delta_i) \mu P N \quad \text{soit} \quad (4.11)$$

$$E_{dt} = (-6,06 \cdot 10^{-6} \cdot 6 + 4 \cdot 75 \cdot 10^{-6}) 0,400 \cdot 6 \cdot 10^4 = 6,32 \text{ J}$$

Cette valeur d'énergie dissipée est à comparer avec 8,4 J obtenue en chargement progressif. Cependant, si on effectue le même calcul avec un coefficient de frottement de 0,53 correspondant à celui enregistré pour la charge constante la plus proche (12 N), on obtient alors 8,38 J soit pratiquement la même valeur qu'en charge progressive. Cette analyse sommaire montre une grande équivalence des résultats et montre que lors du début du glissement, les paramètres mesurés sont extrêmement proches. La même méthode a été adoptée pour des charges de 12 à 36 N (tableau 4.8). On constate que plus le nombre de palier augmente à charges progressives, plus l'écart augmente avec les charges constantes (fig. 4.11a et b).

TABLE 4.8: Application de la modélisation sur les paramètres D_0 et E_{dt} .

Charge appliquée (N)	Distance à charges progressives (m)	Distance à charges constantes (m)	Énergie dissipée à charges progressives (J)	Énergie dissipée à charges constantes (J)
6	2,57	2,64	6,97	6,33
12	2,14	2,27	11,60	10,91
18	1,71	1,91	13,89	13,75
24	1,28	1,55	13,85	14,84
30	0,85	1,18	11,47	14,18
36	0,42	0,82	6,76	11,78

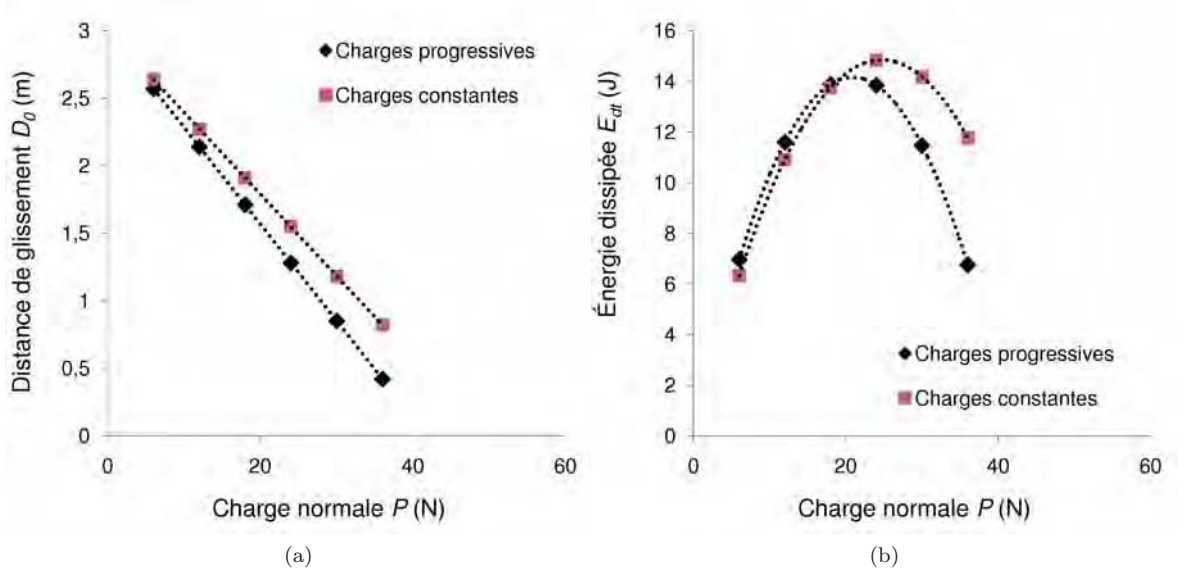


FIGURE 4.11: Application de la modélisation sur (a) la distance de glissement D_0 , et (b) l'énergie dissipée E_{dt} du couple A99/A99S2 à charges progressives et charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

c) Estimation des incertitudes expérimentales

Les valeurs obtenues étant assez proches, il est nécessaire d'estimer le degré de confiance des résultats du modèle. Les incertitudes sur les valeurs de α_0 et de μ , notées, $\Delta\alpha_0$ et $\Delta\mu$ ont été assimilées aux écarts-types fournis par le logiciel OriginPro à partir du coefficient de régression R^2 associé au calcul de la droite de régression correspondante.

$\Delta\alpha$ correspond à l'écart-type estimé de la pente de la régression linéaire des données de $D_0(P)$. Il est calculé à partir de l'équation suivante :

$$\Delta\alpha = \left[\frac{\frac{1}{n-2} \sum_{i=1}^n \left[D_{0i} - P_i \left[\frac{\sum_{i=1}^n D_{0i}(P_i - \bar{P})}{SCE(P)} \right] + \sum_{i=1}^n D_{0i} \left[\frac{1}{n} - \bar{P} \frac{(P_i - \bar{P})}{SCE(P)} \right] \right]^2}{SCE(P)} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (4.12)$$

dans laquelle le terme $SCE(P)$ représente la somme des carrés des écarts des charges appliquées :

$$SCE(P) = \sum_{i=1}^n (P_i - \bar{P})^2 \quad (4.13)$$

On applique la même méthode pour calculer l'écart-type estimé $\Delta\mu$ du coefficient de frottement soit :

$$\Delta\mu = \left[\frac{\frac{1}{n-2} \sum_{i=1}^n \left[Q_i - P_i \left[\frac{\sum_{i=1}^n Q_i (P_i - \bar{P})}{SCE(P)} \right] + \sum_{i=1}^n Q_i \left[\frac{1}{n} - \bar{P} \frac{(P_i - \bar{P})}{SCE(P)} \right] \right]}{SCE(P)} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (4.14)$$

Le niveau de confiance a été augmenté à 93% sur les valeurs d'incertitude $\Delta\alpha$, $\Delta\mu$ en les multipliant par un facteur d'élargissement $k = 2$ pour 10 valeurs (loi de Student).

Les incertitudes sur le taux de glissement α_0 le seuil de grippage G et l'énergie dissipée maximale $E_{dt_{max}}$, notées respectivement $\Delta\alpha_0$, ΔG et $\Delta E_{dt_{max}}$ peuvent être calculées en utilisant $\Delta\alpha$, $\Delta\mu$ grâce aux équations suivantes :

$$\Delta\alpha_0 = \frac{\Delta\alpha}{N} \quad (4.15)$$

$$\Delta G = \frac{\Delta\delta}{|\alpha_0|} + \delta_i \cdot \frac{\Delta\alpha_0}{\alpha_0^2} \quad (4.16)$$

$$\Delta E_{dt_{max}} = E_{dt_{max}} \left(\frac{\Delta\mu}{\mu} + \frac{\Delta\alpha_0}{|\alpha_0|} + 2 \cdot \frac{\Delta\delta}{\delta_i} \right) \quad (4.17)$$

$$\frac{\Delta E_{dt_{max}}}{N} = \frac{4\delta_i}{|\alpha_0|} \left(\delta_i \Delta\mu + \frac{\mu \delta_i \Delta\alpha_0}{|\alpha_0|} + 2\mu \Delta\delta \right) \quad (4.18)$$

L'ensemble des erreurs absolues de mesure calculées est rassemblées dans le tableau 4.9 en prenant une incertitude sur le déplacement $\Delta\delta = 2 \mu\text{m}$.

TABLE 4.9: Incertitudes absolues sur les paramètres de fretting calculés pour dans différentes conditions de chargement.

Échantillon	ΔD_i (m)	$\Delta\alpha$ (m·N ⁻¹)	$\Delta\alpha_0$ ($\mu\text{m} \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{cycle}^{-1}$)	$\Delta\mu$ (N)	ΔG (N)	$\Delta E_{dt_{max}}$ (J)	$\frac{\Delta E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle ⁻¹)
A99	0,08	0,004	0,4	0,01	0,8	1,7	0,17
A99S2	0,08	0,003	0,3	0,01	0,7	1,6	0,16
A99S2	0,40	0,012	0,2	0,03	0,8	11,6	0,23
A99S2	0,02	0,001	0,2	0,02	0,6	0,5	0,17
A100S	0,08	0,005	0,5	0,01	0,9	2,0	0,20
A99b	0,08	0,012	1,2	0,02	1,2	3,1	0,31

TABLE 4.10: Incertitudes relatives sur les paramètres de fretting calculés pour dans différentes conditions de chargement.

Échantillon	$\Delta D_i/D_i$ (%)	$\Delta \alpha_0/\alpha_0$ (%)	$\Delta \mu/\mu$ (%)	$\Delta G/G$ (%)	$\Delta E_{dt_{max}}/E_{dt_{max}}$ (%)
A99	2,7	5,2	2,3	2,0	13
A99S2	2,7	4,5	1,7	1,8	11
A99S2	2,7	4,0	6,3	1,7	16
A99S2	2,7	3,0	3,4	1,4	12
A100S	2,7	6,8	3,0	2,4	15
A99b	2,7	12,2	2,3	3,7	20

Les incertitudes relatives sur α_0 , μ , G restent très raisonnables et ne dépassent jamais quelques pourcents (tableau 4.10). L'incertitude relative sur $E_{dt_{max}}/N$ pourtant peut atteindre 20%.

d) Synthèse des résultats

Différentes alumines ont été étudiées en fretting à débattements libres :

- Une alumine à 99,7% frittée naturelle (A99)
- Une alumine à 99,7% frittée SPS (A99S2)
- Une alumine pure frittée SPS (A100S)

Deux modes de chargement ont été proposés :

- Un chargement progressif par paliers successifs jusqu'au grippage.
- Un chargement constant au cours du temps.

Les alumines ont montré un comportement similaire jusqu'au grippage :

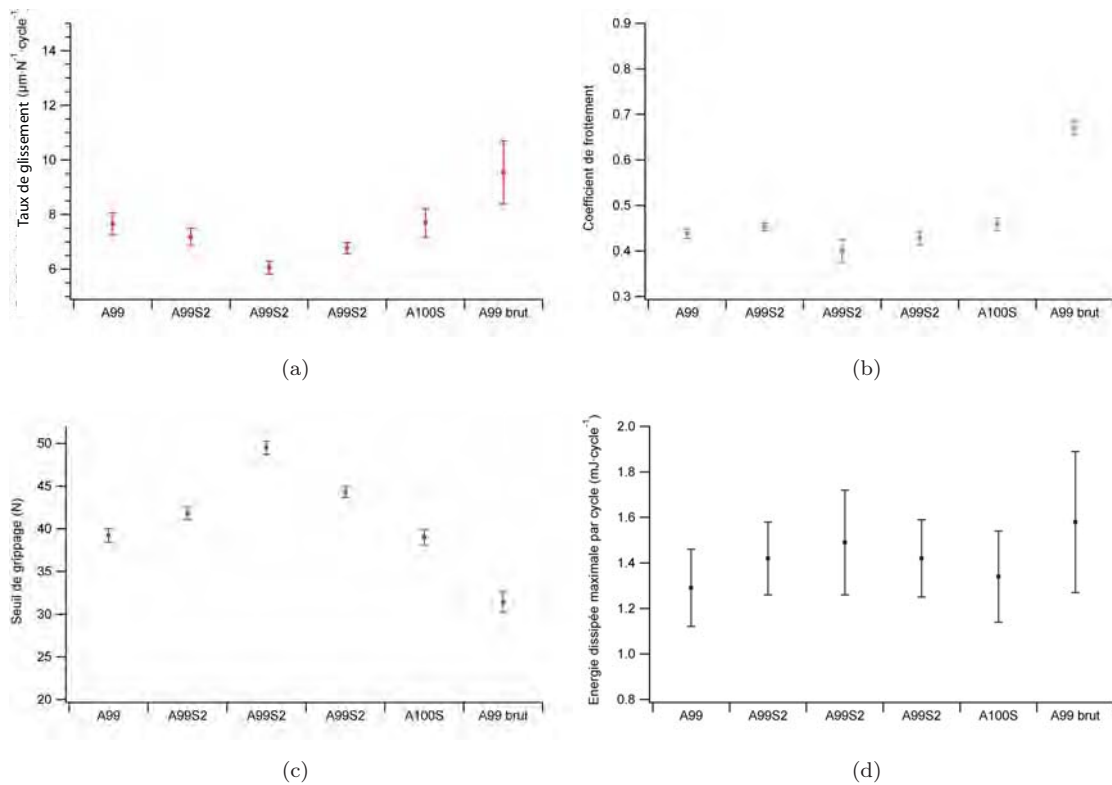
- Décroissance linéaire de la distance parcourue avec la charge jusqu'au grippage.
- Constance du coefficient de frottement jusqu'au grippage.
- Présence d'une charge de dissipation d'énergie maximale à mi-chemin de grippage.

Une modélisation des résultats a permis de décrire chaque type d'essais grâce à quatre paramètres accompagnés de leur incertitude (tableau 4.11) :

- Un taux de glissement α_0 (exprimé en $\mu\text{m} \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{cycle}^{-1}$)
- Un coefficient de frottement μ
- Un seuil de grippage G (en N)
- Une énergie dissipée maximale $E_{dt_{max}}/N$ (exprimé en $\text{mJ} \cdot \text{cycle}^{-1}$).

TABLE 4.11: Synthèse des paramètres de fretting dans différentes conditions de chargement ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

Échantillon	mode de chargement	α_0 ($\mu\text{m}\cdot\text{N}^{-1}\cdot\text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ}\cdot\text{cycle}^{-1}$)
A99	Progressif	$-7,7 \pm 0,4$	$0,44 \pm 0,01$	$39,2 \pm 0,8$	$1,29 \pm 0,17$
A99S2	Progressif	$-7,2 \pm 0,3$	$0,45 \pm 0,01$	$41,8 \pm 0,7$	$1,42 \pm 0,16$
A99S2	Constant	$-6,1 \pm 0,2$	$0,40 \pm 0,03$	$49,5 \pm 0,8$	$1,49 \pm 0,23$
A99S2	Progressif continu	$-6,8 \pm 0,2$	$0,43 \pm 0,02$	$44,3 \pm 0,6$	$1,43 \pm 0,17$
A100S	Progressif	$-7,7 \pm 0,5$	$0,46 \pm 0,02$	$39,0 \pm 0,9$	$1,34 \pm 0,20$
A99b	Progressif	$-9,5 \pm 1,2$	$0,67 \pm 0,02$	$31,4 \pm 1,2$	$1,58 \pm 0,31$

FIGURE 4.12: Taux de glissement α_0 , coefficient de frottement μ , seuil de grippage G , l'énergie dissipée maximale $E_{dt_{max}}/N$ pour les différentes aluminas étudiées ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

L'influence du mode d'élaboration et de la pureté de l'alumine est relativement faible et leurs différences sont proches des incertitudes de mesure (fig. 4.12). En revanche, l'état de surface et le mode de chargement sont des paramètres prépondérants. En ne considérant que le coefficient de frottement et le seuil de grippage, les comparaisons deviennent :

— L'alumine SPS (A99S2) montre un coefficient de frottement et un seuil de grippage légèrement plus élevés ($0,45\pm0,01$ et $41,8\pm0,7 \text{ N}$) que l'alumine frittée naturelle (A99) ($0,44\pm0,01$ et $39,2\pm0,8 \text{ N}$) et l'alumine pure SPS (A100S) ($0,46\pm0,02$ et $39,0\pm0,9 \text{ N}$).

— Le mode de chargement progressif est défavorable par rapport à un chargement constant : augmentation du coefficient de frottement (passage de $0,45 \pm 0,01$ à $0,40 \pm 0,03$) et réduction du seuil de grippage ($41,8 \pm 0,7$ N à $49,5 \pm 0,8$ N).

4.1.3. COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3 -FeCr

Dans cette partie, le but est d'analyser l'influence de l'ajout des micro et nanoparticules de fer-chrome dans la matrice alumine sur le glissement et les conditions d'apparition du grippage de l'alumine, ainsi que le comportement d'usure.

a) Influence de la teneur des particules de fer-chrome

Trois composites avec des teneurs en particules métalliques différents (7 %FeCr, 10 %FeCr, 20 %FeCr) ayant été élaborés dans les mêmes conditions de frittage SPS (1350°C , 3', 150 MPa), ont été testés en chargement progressif. Les paramètres associés à chaque palier sont rassemblés dans les tableaux 4.12, 4.13 et 4.14. Des bûches de fretting caractéristiques sont illustrées par les figures 4.13, 4.14 et 4.15, dans lesquelles ont été également tracées l'évolution de la distance parcourue D_0 et de la force tangentielle Q en fonction de la charge appliquée.

On retrouve l'évolution linéaire de D_0 et de μ en fonction de la charge appliquée P comme pour les essais avec les aluminés. Le modèle mis en place peut s'appliquer. Les paramètres du modèle calculés dans les trois cas donnent des valeurs très proches avec cependant un meilleur comportement avec l'échantillon à 10 % de FeCr (tableau 4.15).

TABLE 4.12: Paramètres de frottement du couple A99/7FC2 à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	3,03	2,62	7,93	0,51
9	4,52	2,47	11,15	0,50
12	5,60	2,10	11,75	0,47
15	6,56	1,92	12,60	0,44
18	7,79	1,58	12,31	0,43
21	8,96	1,29	11,58	0,43
24	10,32	1,21	12,45	0,43
27	11,74	0,93	10,88	0,43
30	13,31	0,72	9,61	0,44
33	14,77	0,33	4,88	0,45

On constate que ces seuils de grippage sont globalement plus bas que celui de l'échantillon A99S2 élaboré et testé dans des mêmes conditions. Ainsi pour l'échantillon 10FC2

le seuil a baissé à 37 N comparé à 41,7 N obtenu avec l'échantillon A99S2 puis remonte légèrement à 38,5 N pour 20FC2 (fig. 4.16a). De même, l'augmentation en teneur de FeCr diminue le coefficient de frottement de 0,45 à 0,43 (fig. 4.16b), mais cette diminution est peu significative.

TABLE 4.13: Paramètres de frottement du couple A99/10FC2 à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	2,88	2,61	7,51	0,48
9	4,34	2,16	9,36	0,48
12	5,51	2,10	11,54	0,46
15	6,46	1,95	12,63	0,43
18	7,82	1,61	12,59	0,43
21	9,75	1,14	11,08	0,46
27	12,85	0,79	10,16	0,48

TABLE 4.14: Paramètres de frottement du couple A99/20FC2 à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	4,11	2,43	8,96	0,69
9	3,84	2,33	11,12	0,43
12	5,10	2,18	11,66	0,43
15	6,26	1,86	11,32	0,42
18	7,62	1,49	10,29	0,42
21	8,94	1,15	11,56	0,43
27	10,34	1,12	11,33	0,43
30	13,00	0,73	9,50	0,43
36	14,98	0,08	1,20	0,42

TABLE 4.15: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement progressif.

Échantillon	D_i (m)	α_0 ($\mu\text{m} \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ} \cdot \text{cycle}^{-1}$)
7FC2	$3 \pm 0,08$	$-7,7 \pm 0,2$	$0,44 \pm 0,01$	$39,0 \pm 0,6$	$1,29 \pm 0,13$
10FC2	$3 \pm 0,08$	$-8,1 \pm 0,4$	$0,46 \pm 0,01$	$37,0 \pm 0,7$	$1,17 \pm 0,16$
20FC2	$3 \pm 0,08$	$-7,8 \pm 0,3$	$0,43 \pm 0,02$	$38,5 \pm 0,7$	$1,24 \pm 0,17$

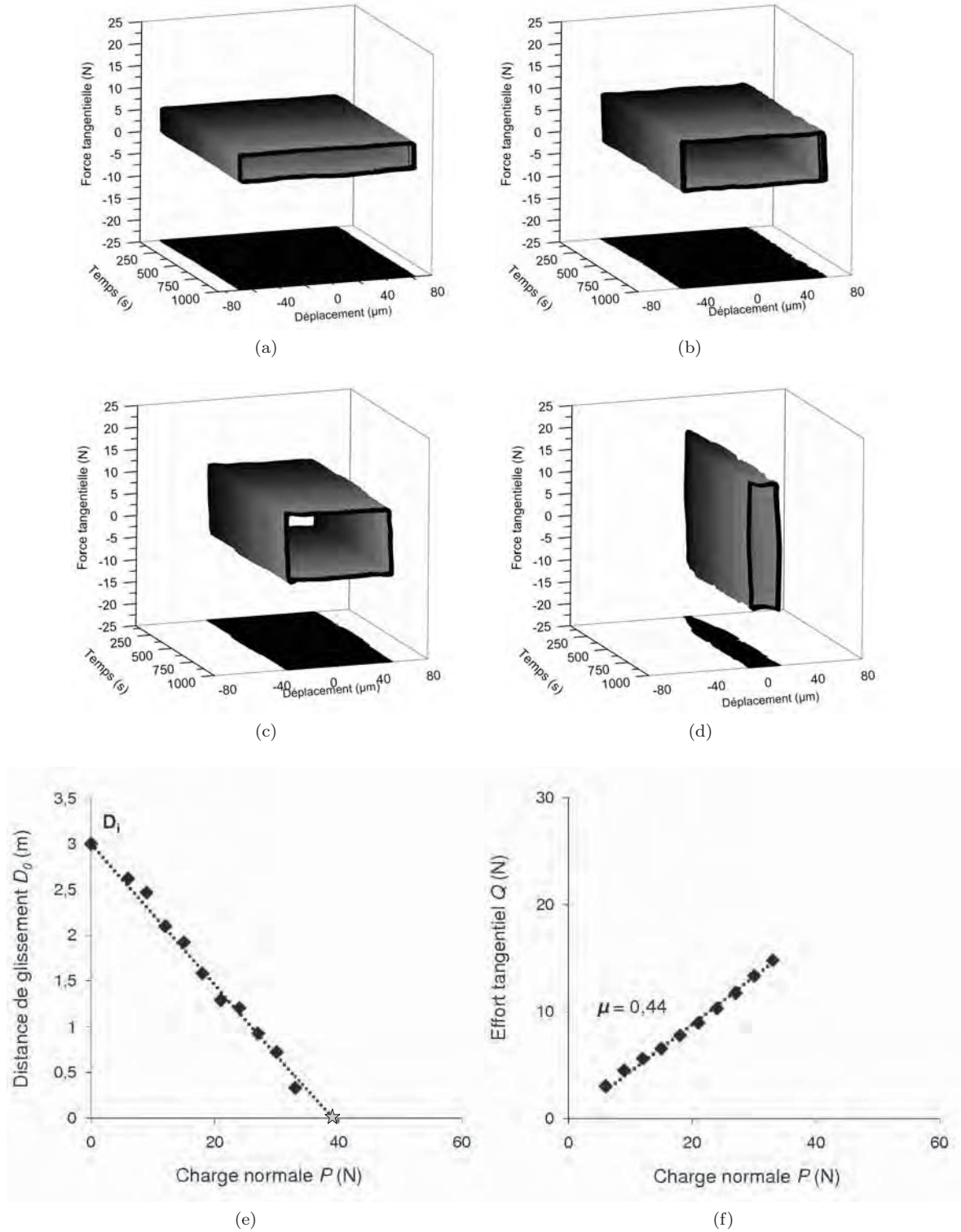


FIGURE 4.13: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/7FC2 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 12 N, (c) 18 N, (d) 33 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0 , et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles).

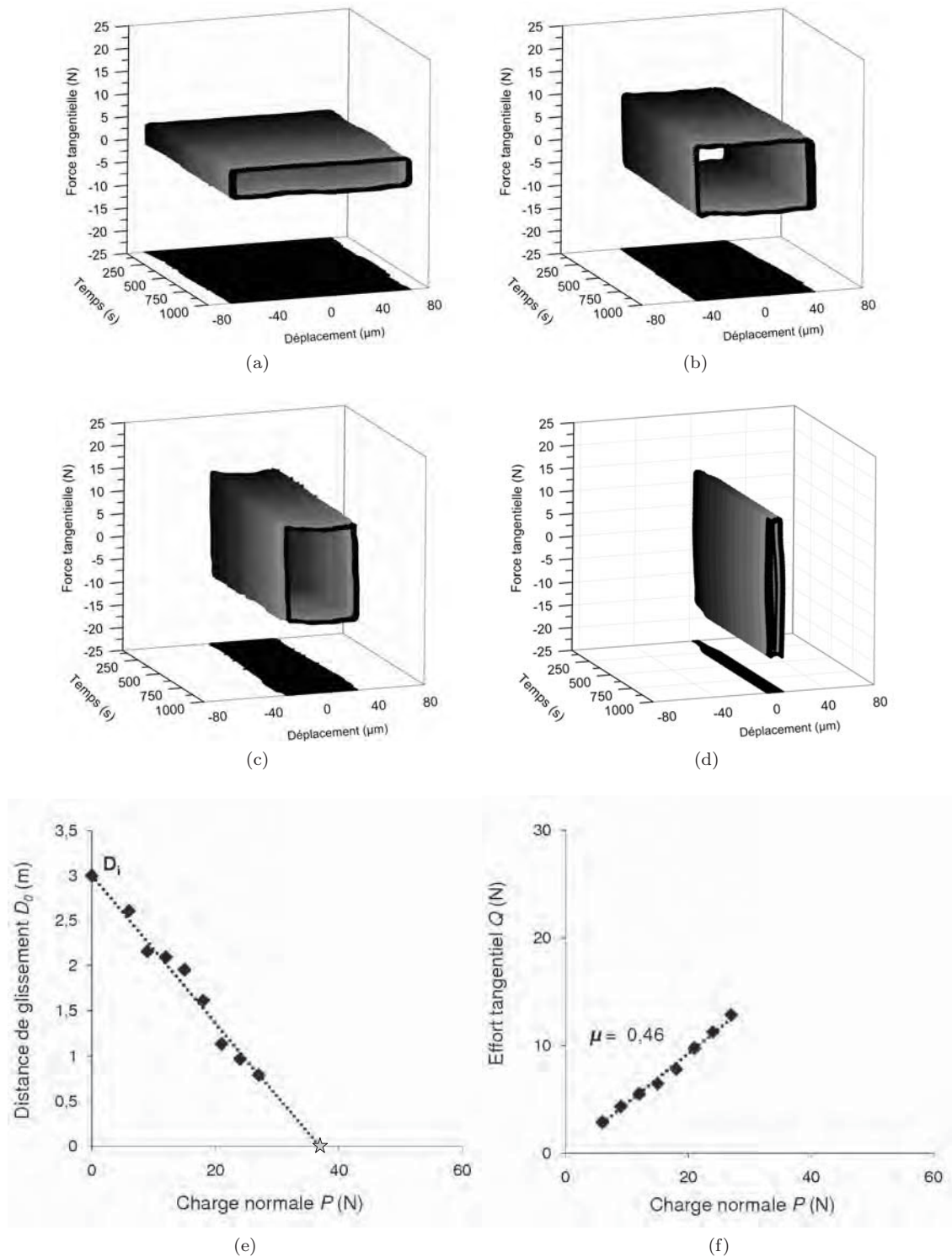


FIGURE 4.14: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/10FC2 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 18 N, (c) 24 N, (d) 30 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0 , et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

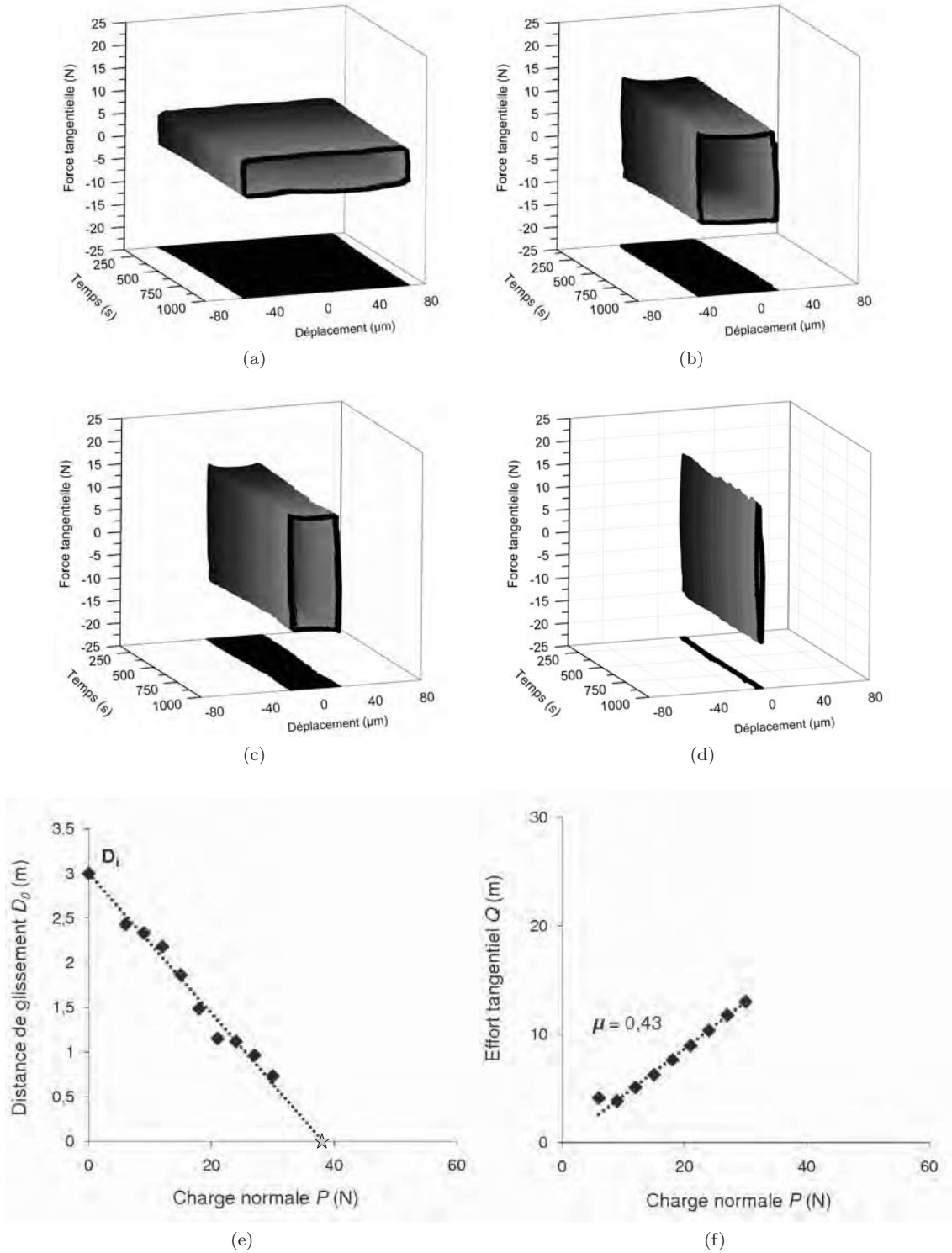


FIGURE 4.15: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/20FC2 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 24 N, (c) 30 N, (d) 36 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0 , et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

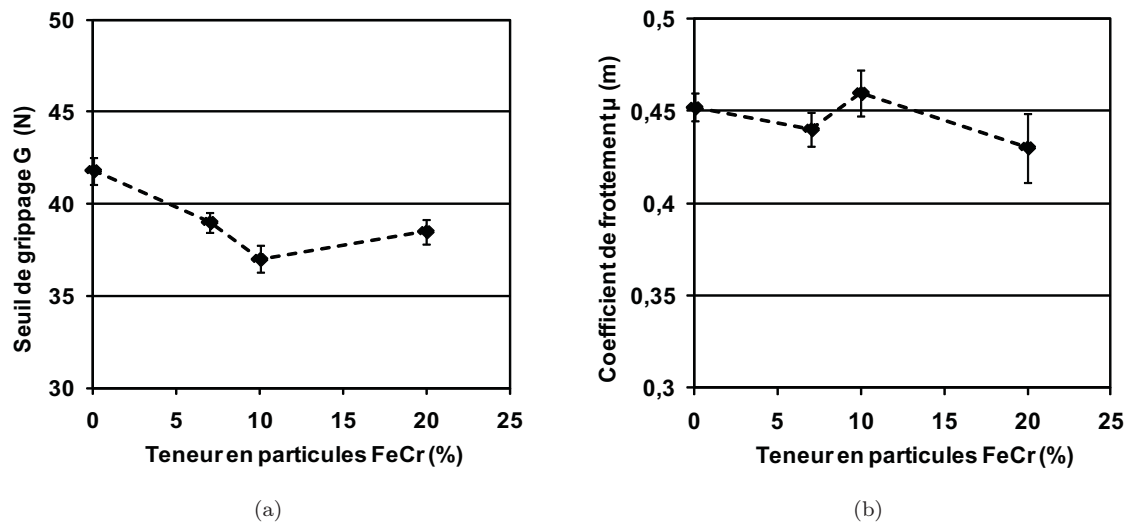


FIGURE 4.16: Influence de la teneur en particules métalliques fer-chrome sur le seuil de grippage G et le coefficient de frottement μ : contacts A99/A99S2, A99/7FC2, A99/10FC2 et A99/20FC2 ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

b) Influence des conditions de frittage

Deux composites avec des teneurs en particules métalliques de 7% FeCr et 10% FeCr ont été obtenus dans des conditions de frittage SPS différentes (1375 °C, 3', 100 MPa) des composites du paragraphe précédent (1350 °C, 3', 150 MPa). Les résultats de fretting obtenus en chargement progressif sont rassemblés dans les tableaux 4.16 et 4.17. Des bûches de fretting correspondants à ces essais sont données dans les figures 4.17 et 4.18.

TABLE 4.16: Paramètres de frottement du couple A99/7FC1 à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
9	4,58	2,33	10,67	0,51
12	5,62	2,16	12,12	0,47
15	6,8	1,91	13,02	0,45
18	8,21	1,59	13,05	0,46
21	9,53	1,26	11,98	0,45
24	11,01	1,20	13,20	0,46
30	14,21	0,50	7,17	0,47

TABLE 4.17: Paramètres de frottement du couple A99/10FC1 à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	2,27	2,64	6,00	0,38
9	3,74	2,39	8,94	0,42
12	4,94	2,26	11,15	0,41
15	6,2	1,96	12,17	0,41
18	8,5	1,67	14,24	0,47
21	8,68	1,39	12,03	0,41
24	9,67	1,12	10,83	0,40

Les courbes de $D_0(P)$ et de $\mu(P)$ du couple A99/7FC1 présentent les mêmes allures linéaires que A99/7FC2 (fig. 4.17e et f). Cependant, le seuil de grippage G de 7FC1 (38,0 N) est légèrement plus bas par rapport à celui de 7FC2 (39,0 N), ce qui est cohérent avec une légère augmentation du coefficient de frottement μ qui passe de 0,44 (7FC2) à 0,46 (7FC1) (tableau 4.18).

En revanche, le seuil de grippage de 10FC1 (41,1 N) est plus élevé par rapport à celui de 10FC2 (37,0 N) et s'accompagne d'une réduction du coefficient de frottement de 0,46 (10FC2) à 0,42 (10FC1), (fig. 4.18e et f).

TABLE 4.18: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement progressif.

Échantillon	D_i (m)	α_0 ($\mu\text{m}\cdot\text{N}^{-1}\cdot\text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ}\cdot\text{cycle}^{-1}$)
7FC1	$3 \pm 0,08$	$-7,9 \pm 0,3$	$0,46 \pm 0,01$	$38,0 \pm 0,7$	$1,31 \pm 0,15$
10FC1	$3 \pm 0,08$	$-7,3 \pm 0,4$	$0,42 \pm 0,02$	$41,1 \pm 0,8$	$1,42 \pm 0,22$

Comparé à l'alumine A99S2, l'introduction de FeCr réduit comme précédemment le seuil de grippage comme le coefficient de frottement, mais l'influence de la teneur en particules de FeCr est plus tranchée : une teneur de 7% FeCr réduit le seuil de grippage sans variation du coefficient de frottement alors que la teneur de 10% FeCr maintient le seuil de grippage à la valeur de l'alumine seule (fig. 4.19a), mais réduit le coefficient de frottement (fig. 4.19b).

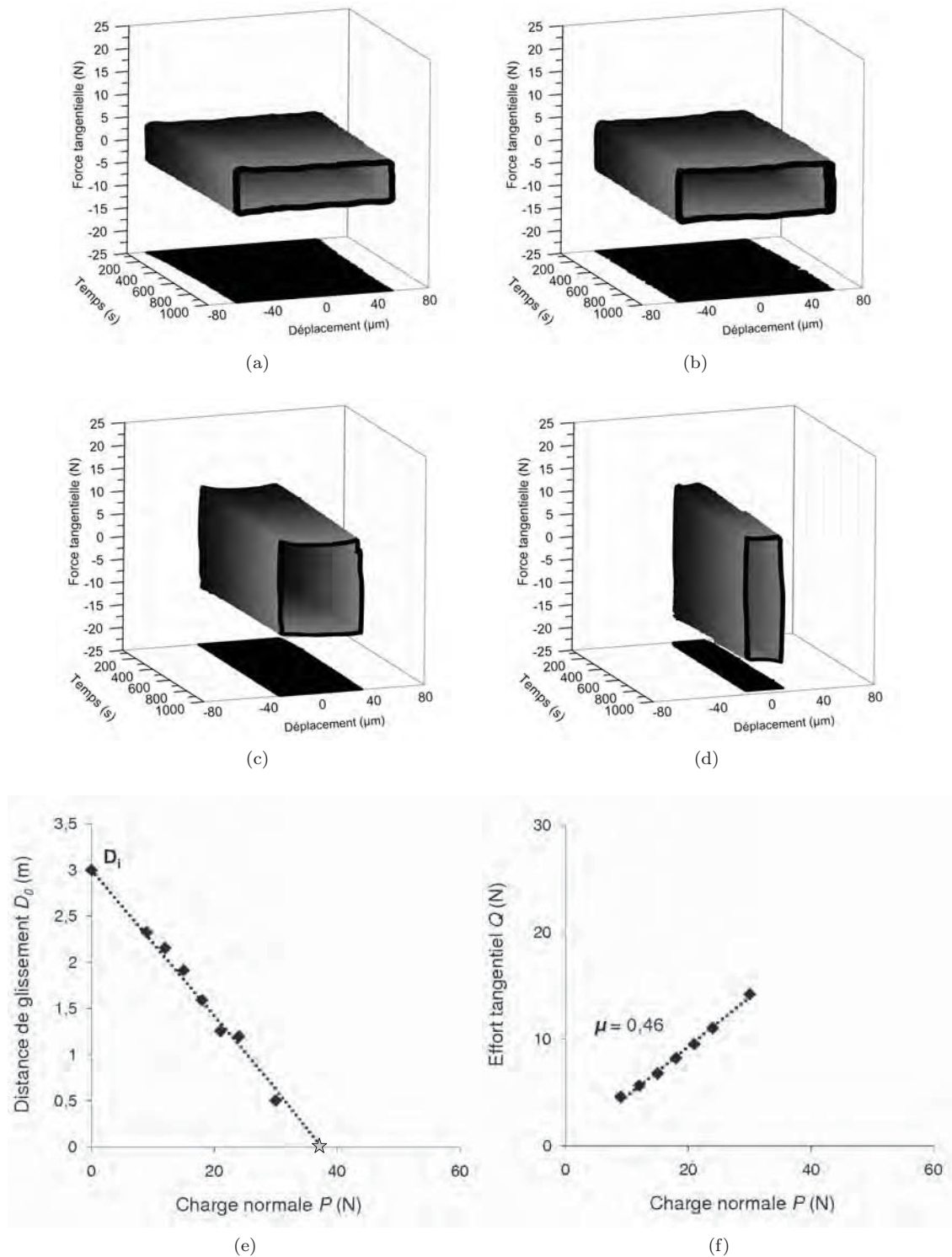


FIGURE 4.17: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/7FC1 pour les paliers de charge (a) 9 N, (b) 12 N, (c) 24 N, (d) 30 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0 , et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

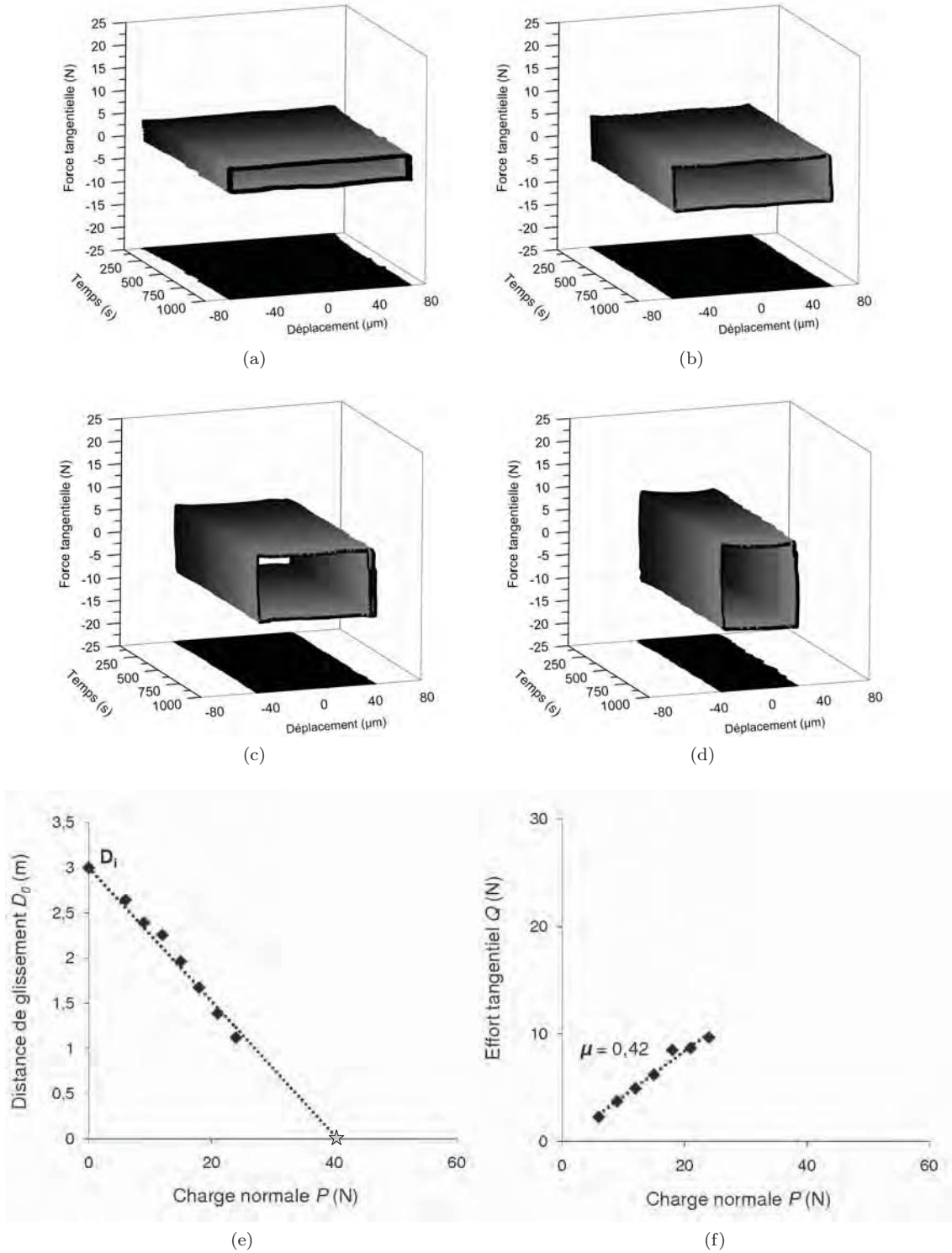


FIGURE 4.18: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/10FC1 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 12 N, (c) 18 N, (d) 24 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0 , et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

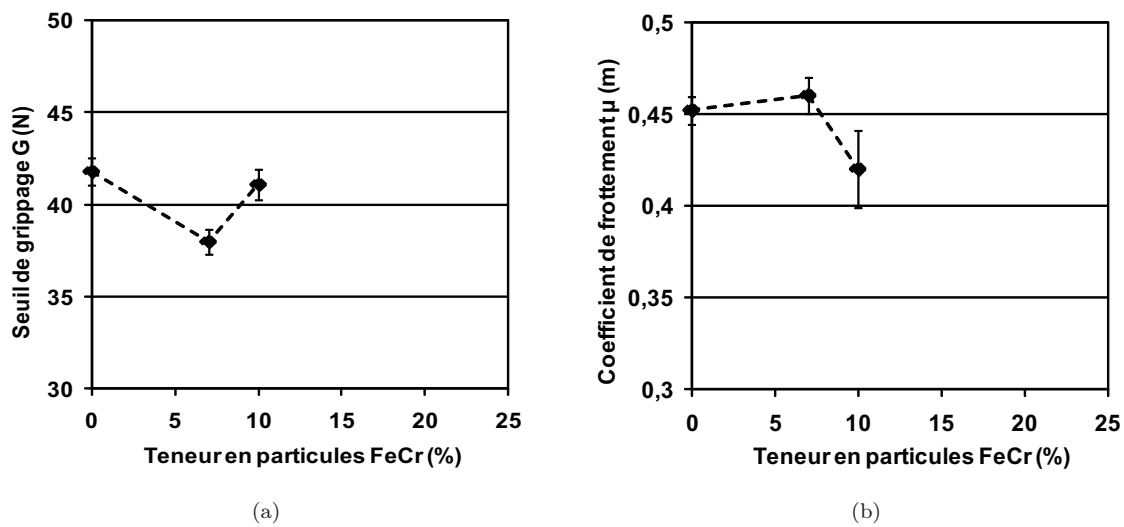


FIGURE 4.19: Influence de la teneur en particules métalliques fer-chrome sur le seuil de grippage G et le coefficients de frottement μ : contacts A99/A99S2, A99/7FC1 et A99/10FC1 ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

c) Influence du mode de chargement

Comme dans le cas des alumines, des essais à charges constantes ont été effectués sur le composite 7FC2 entre 15 N et 48 N pendant $5 \cdot 10^4$ cycles (tableau 4.19). Les résultats obtenus montrent un comportement similaire à celui observé avec A99S2 étudié dans les mêmes conditions : élévation du seuil de grippage G et réduction du coefficient de frottement μ par rapport aux essais à charges progressives (fig. 4.20 e, f).

Les valeurs obtenues sont même complètement comparables avec celles du A99S2 à chargement constant, ce qui tend à montrer la faible influence de l'apport des particules FeCr dans ces conditions de sollicitation (tableau 4.20).

TABLE 4.19: Paramètres de frottement du couple A99/7FC2 à charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	15	0	0
15	5,98	10,72	12,82	0,40
24	10,56	6,96	14,70	0,44
30	12,26	5,46	13,39	0,41
36	15,00	3,64	10,92	0,42
45	15,60	2,60	8,11	0,35
48	15,70	0,40	1,26	0,33

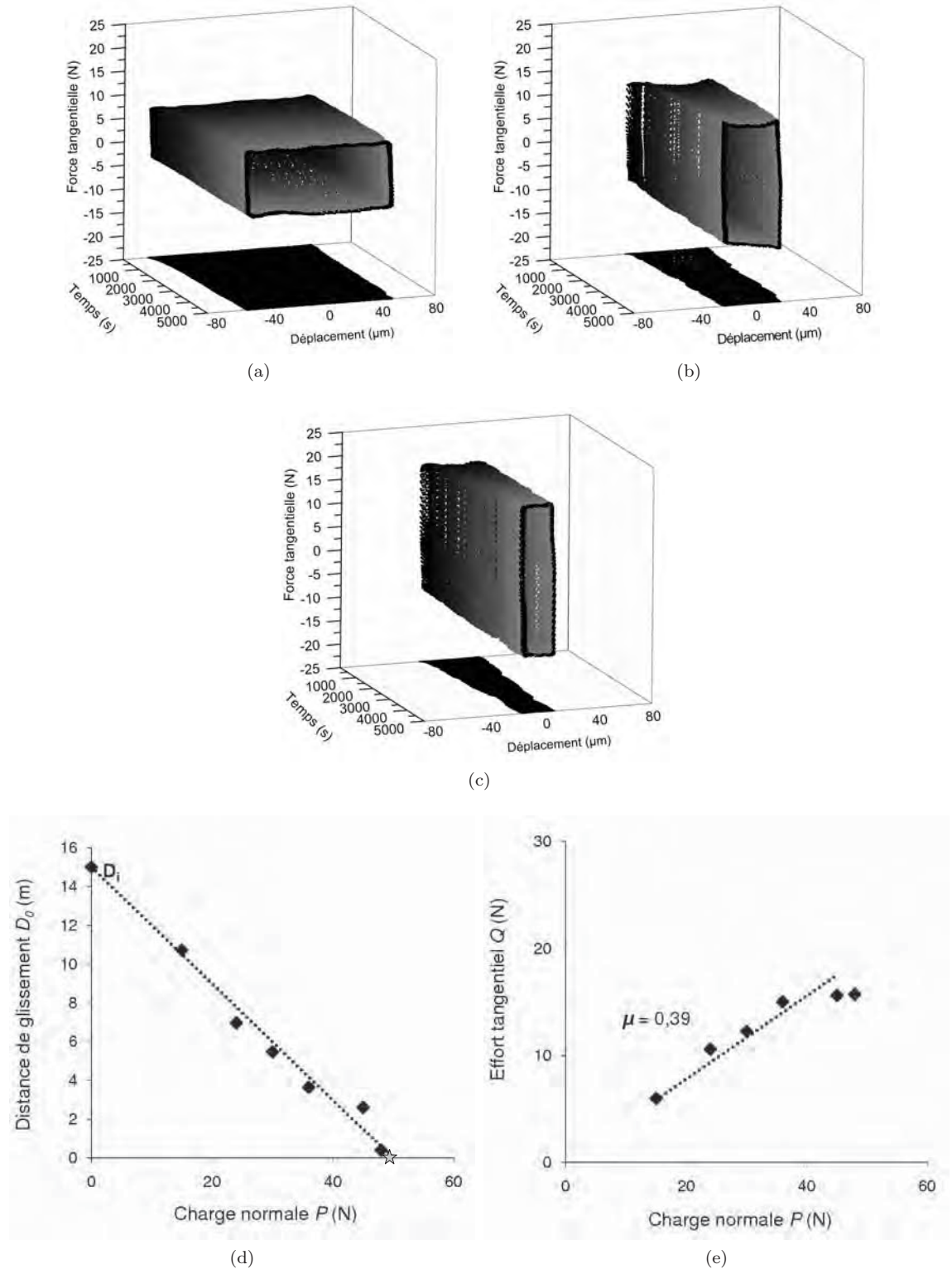


FIGURE 4.20: Bûches de fretting du couple A99/7FC2 pour les charges (a) 15 N, (b) 30 N, (c) 36 N, (d) Évolution de la distance de glissement D_0 , et (e) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P en chargement constant ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

TABLE 4.20: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement constant.

Échantillon	D_i (m)	α_0 ($\mu\text{m}\cdot\text{N}^{-1}\cdot\text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ}\cdot\text{cycle}^{-1}$)
7FC2	$3 \pm 0,08$	$-7,7 \pm 0,2$	$0,44 \pm 0,01$	$39,0 \pm 0,6$	$1,29 \pm 0,13$
7FC2	$15 \pm 0,4$	$-6,0 \pm 0,4$	$0,39 \pm 0,04$	$50,0 \pm 1,2$	$1,39 \pm 0,31$
A99S2	$15 \pm 0,4$	$-6,1 \pm 0,2$	$0,40 \pm 0,03$	$49,5 \pm 0,8$	$1,49 \pm 0,23$

d) Énergie dissipée

Les courbes $E_{dt}(P)$ pour l'ensemble des essais effectués avec les composites FeCr sont rassemblées à la figure 4.21. Les écarts constatés avec la parabole passant par les points expérimentaux proviennent de l'accumulation des incertitudes des différentes mesures.

e) Synthèse des résultats

Des composites à matrice alumine comportant des particules métalliques de FeCr élaborés par SPS ont été étudiés en fretting à débattements libres. Trois teneurs en FeCr ont été sélectionnées (7 % FeCr, 10 % FeCr et 20 % FeCr).

Le comportement général des composites alumine est semblable aux aluminés sans particules métalliques :

- décroissance de la distance parcourue D_0 et constance du coefficient de frottement μ avec la charge jusqu'au grippage.
- augmentation du seuil de grippage G et réduction du coefficient de frottement μ en chargement constant par rapport au chargement progressif.

L'introduction des particules métalliques conduit à de légères modifications des performances en fretting par rapport à l'alumine seule :

- les coefficients de frottement μ comme les seuils de grippage sont équivalents, voire légèrement inférieurs.
- la réduction du coefficient de frottement μ s'accompagne généralement d'une augmentation du seuil de grippage G .

La teneur en particules métalliques a une faible influence : la teneur de 10 %FeCr a conduit à la fois au plus bas coefficient de frottement (0,42) et au plus haut seuil de grippage (41,1 N) pour 7FC1 et au plus haut coefficient de frottement (0,46) et au plus bas seuil de grippage (37,0) pour 7FC2 (tableau 4.21).

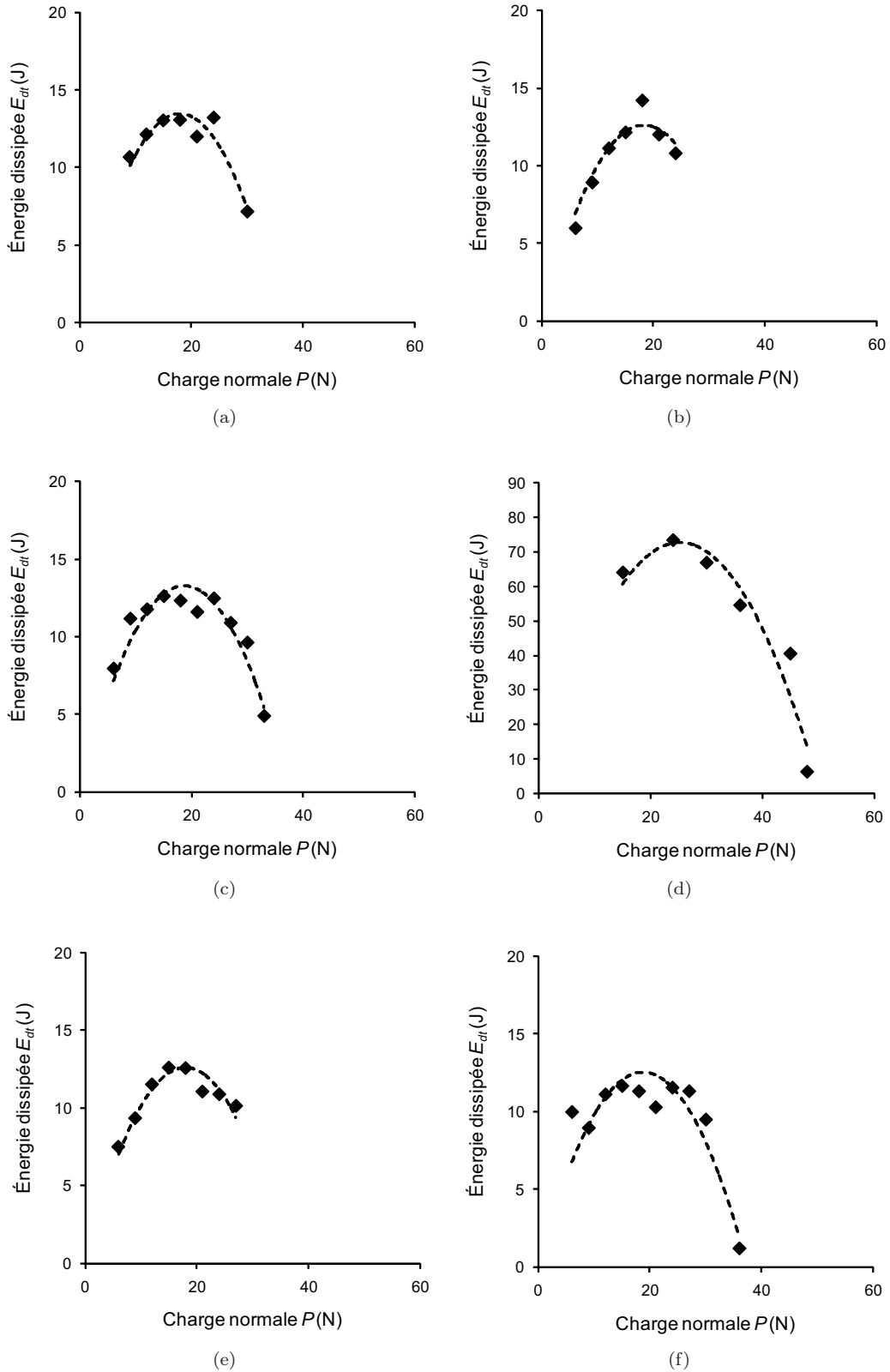


FIGURE 4.21: Évolution de la énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les 6 essais étudiés ainsi que la courbe de modélisation (a) A99/7FC1 charges progressives, A99/10FC1 charges progressives, A99/7FC2 charges progressives, A99/7FC2 charges constantes, A99/10FC2 charges progressives, A99/20FC2 charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

TABLE 4.21: fSynthèse des paramètres de fretting dans différentes conditions de chargement ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

Échantillon	Mode de chargement	α_0 ($\mu\text{m}\cdot\text{N}^{-1}\cdot\text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ}\cdot\text{cycle}^{-1}$)
7FC1	Progressif	$-7,9 \pm 0,3$	$0,46 \pm 0,01$	$38,0 \pm 0,7$	$1,31 \pm 0,15$
10FC1	Progressif	$-7,3 \pm 0,4$	$0,42 \pm 0,02$	$41,1 \pm 0,8$	$1,42 \pm 0,22$
7FC2	Progressif	$-7,7 \pm 0,2$	$0,44 \pm 0,01$	$39,0 \pm 0,6$	$1,29 \pm 0,13$
7FC2	Constant	$-6,0 \pm 0,4$	$0,39 \pm 0,04$	$50,0 \pm 1,2$	$1,39 \pm 0,31$
10FC2	Progressif	$-8,1 \pm 0,4$	$0,46 \pm 0,01$	$37,0 \pm 0,7$	$1,17 \pm 0,16$
20FC2	Progressif	$-7,8 \pm 0,3$	$0,43 \pm 0,02$	$38,5 \pm 0,7$	$1,24 \pm 0,17$

4.1.4. USURE DES ALUMINES ET DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3 - FeCr

a) Observations des traces d'usure des alumines

L'ensemble des traces observées présente une forme globalement elliptique. Le grand axe est orienté dans la direction du déplacement et le petit axe correspond au diamètre de contact. L'amplitude réelle du déplacement est donnée par la différence de longueur entre grand et petit axe.

Dans tous les cas, on peut distinguer deux zones principales sur les disques (fig. 4.22 et 4.23) :

- une zone centrale correspondant à la trace effective d'usure, pouvant présenter de petites stries d'abrasion et recouverte plus ou moins complètement d'une fine couche de débris de très petite taille fortement cisailée. Cette zone correspond à l'aire de production et de circulation des débris que l'on associe respectivement au débit source et au débit interne du troisième corps.
- une zone périphérique constituée d'amas de débris agglomérés de plus grande taille, repoussés hors du contact préférentiellement dans la direction du déplacement. Cette zone d'éjection définitive des débris est associée au débit d'usure.

Pour les essais menés à charges progressives, la zone périphérique présente des vagues successives de débris éjectés correspondant à la réduction régulière de l'amplitude de déplacement à chaque palier de charge (fig. 4.22b). La vague la plus externe est constituée des débris produits à faible charge et la vague la plus interne à celle de la plus haute charge avant grippage.

Pour les essais à charge constante, on retrouve le même faciès d'usure en forme d'ellipse loin du seuil de grippage (fig. 4.23a) alors que la trace prend une forme plus circulaire près du grippage (fig. 4.23b).

Dans la zone centrale et périphérique de la trace, les stries d'abrasion et une couche de débris sont toujours présentes (fig. 4.23c à f). Les amas de débris de plus grande taille

sont agglomérés sur certaines zones à l'intérieur de la trace (fig. 4.23d) comparativement à ceux repoussés hors du contact sur les traces à charge progressive.

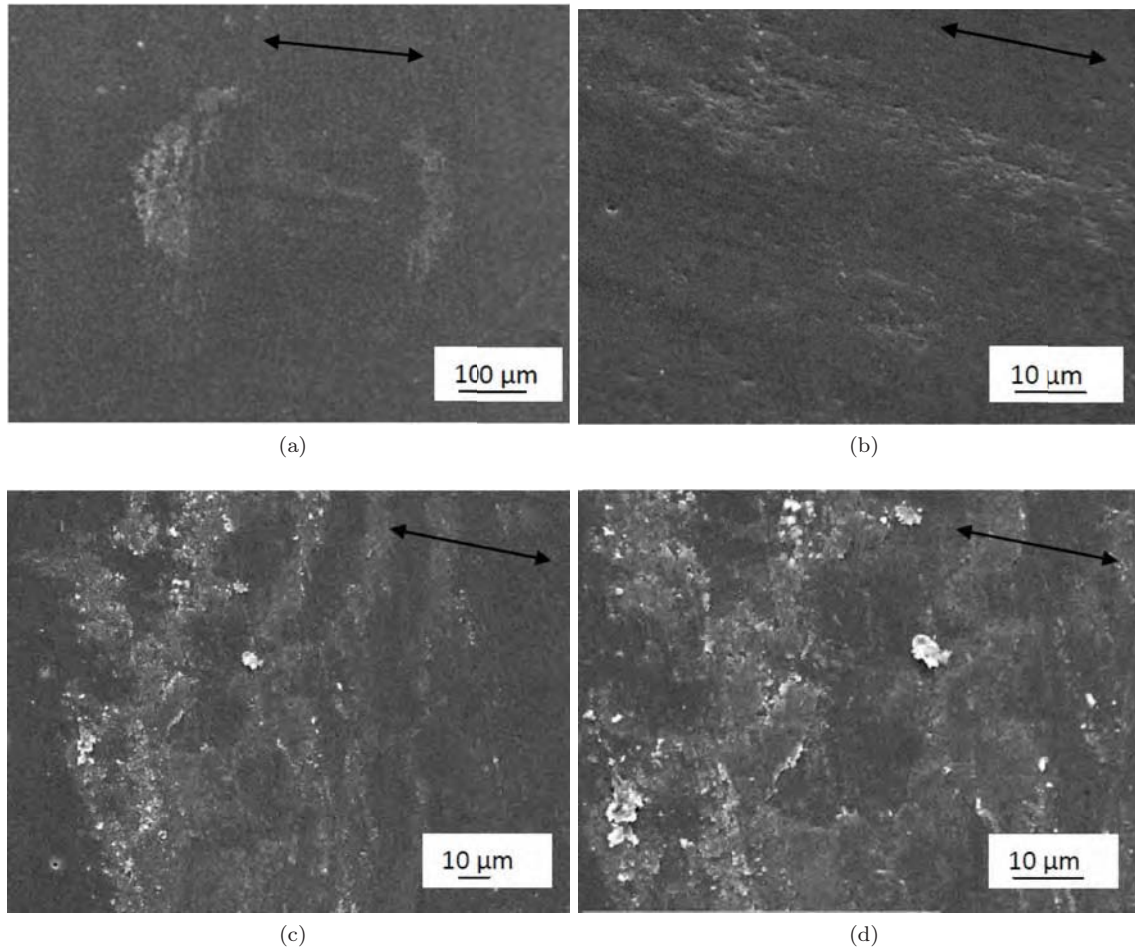


FIGURE 4.22: Trace d'usure sur le disque A99S2 à charge progressive mené jusqu'au grippage à 42 N (a) vue générale, (b) centre de la trace, (c) et (d) amas de débris en bord (extrémité gauche) de la trace ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles).

On peut également distinguer dans certains cas, une étroite zone annulaire, intercalée entre zone centrale et périphérique, généralement dépourvue de débris (fig. 4.23a). Cette zone correspond au divergent du frotteur autour du méplat d'usure dans laquelle les débris transitent sans adhérer avant de s'accumuler autour de la trace.

Il est difficile d'observer les traces d'usure sur les frotteurs, car les dégradations sont peu profondes sur une surface de nombreux microécaillages survenus lors du polissage de la courbure du frotteur (fig. 4.24). Cependant, les observations des contacts sur les frotteurs révèlent rarement l'agglomération des débris éjectées du contact.

L'ensemble de ces observations suggère une interface de frottement nette avec un mécanisme d'accommodation de vitesse par cisaillement situé entre le troisième corps adhérent au disque et le premier corps constituant le frotteur.

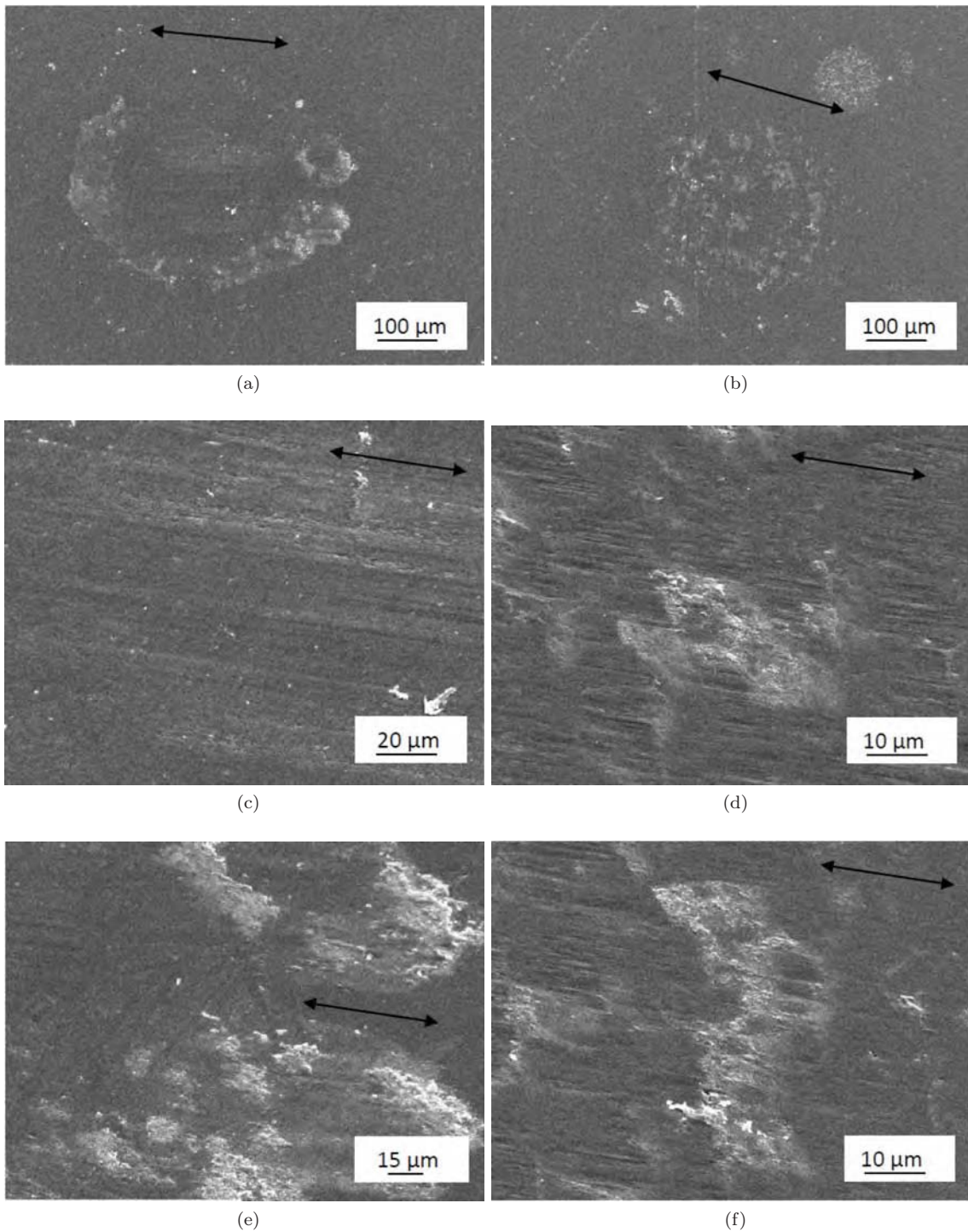


FIGURE 4.23: Traces d'usure sur le disque A99S2 après essais à charge constante à 24 N (colonne de gauche) et 49 N (colonne de droite) (a) et (b) vues générales (c) et (d) centre de la trace (e) et (f) bords de la trace (extrémité droite) ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

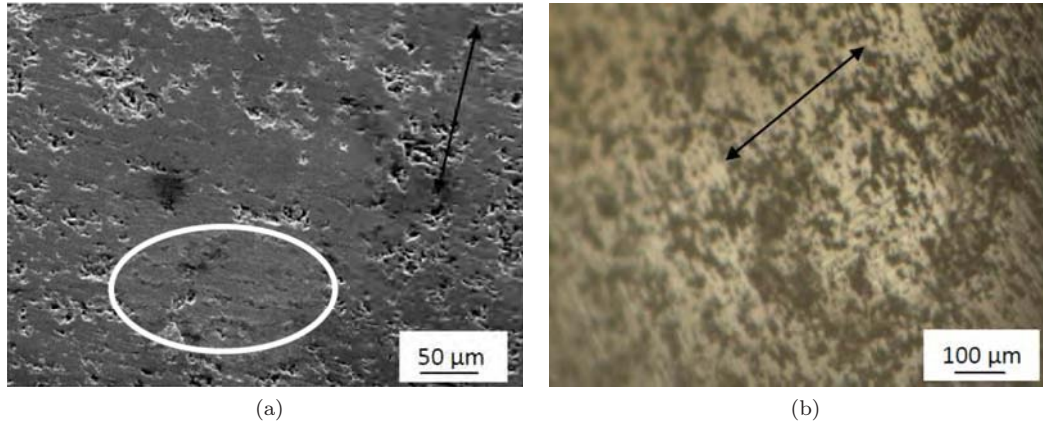


FIGURE 4.24: Trace d'usure sur le frotteur A99 en contact avec un échantillon A99S2 (a) en chargement progressif (MEB) et à 36 N, (b) en chargement constant (microscope optique) ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

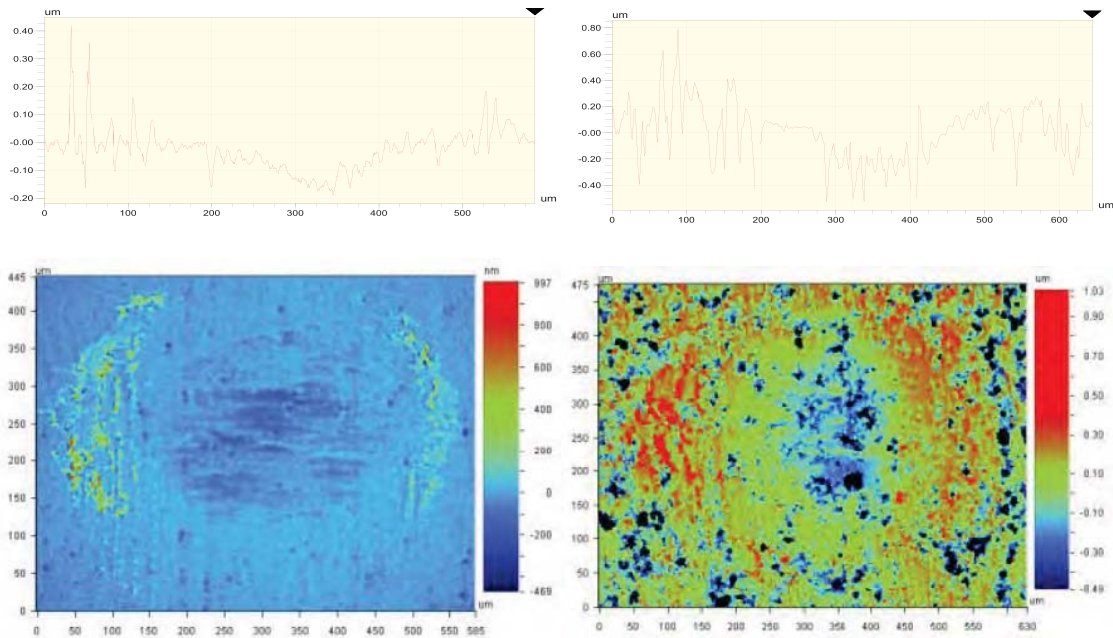


FIGURE 4.25: Relevé topographique et profil topographique des traces d'usure sur le disque A99S2 (gauche) et son frotteur A99 (droite) après essai à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles).

b) Mesures d'usure des alumines

Les observations sur le disque et le frotteur par profilométrie optique nous révèlent des aspects topographiques similaires (fig. 4.25 et 4.26) :

- une zone centrale de $0,2 \mu\text{m}$ de profondeur sur le disque et de $0,4 \mu\text{m}$ sur le frotteur avec présence de petites stries .
- une zone périphérique constituée d'accumulation de débris (environ $1 \mu\text{m}$ d'épaisseur) repoussés hors du contact préférentiellement dans la direction

du déplacement. L'accumulation des débris devient moins visible avec l'augmentation de la charge, ce qui indique la diminution de l'éjection des débris à forte charge (fig. 4.26a, b et c).

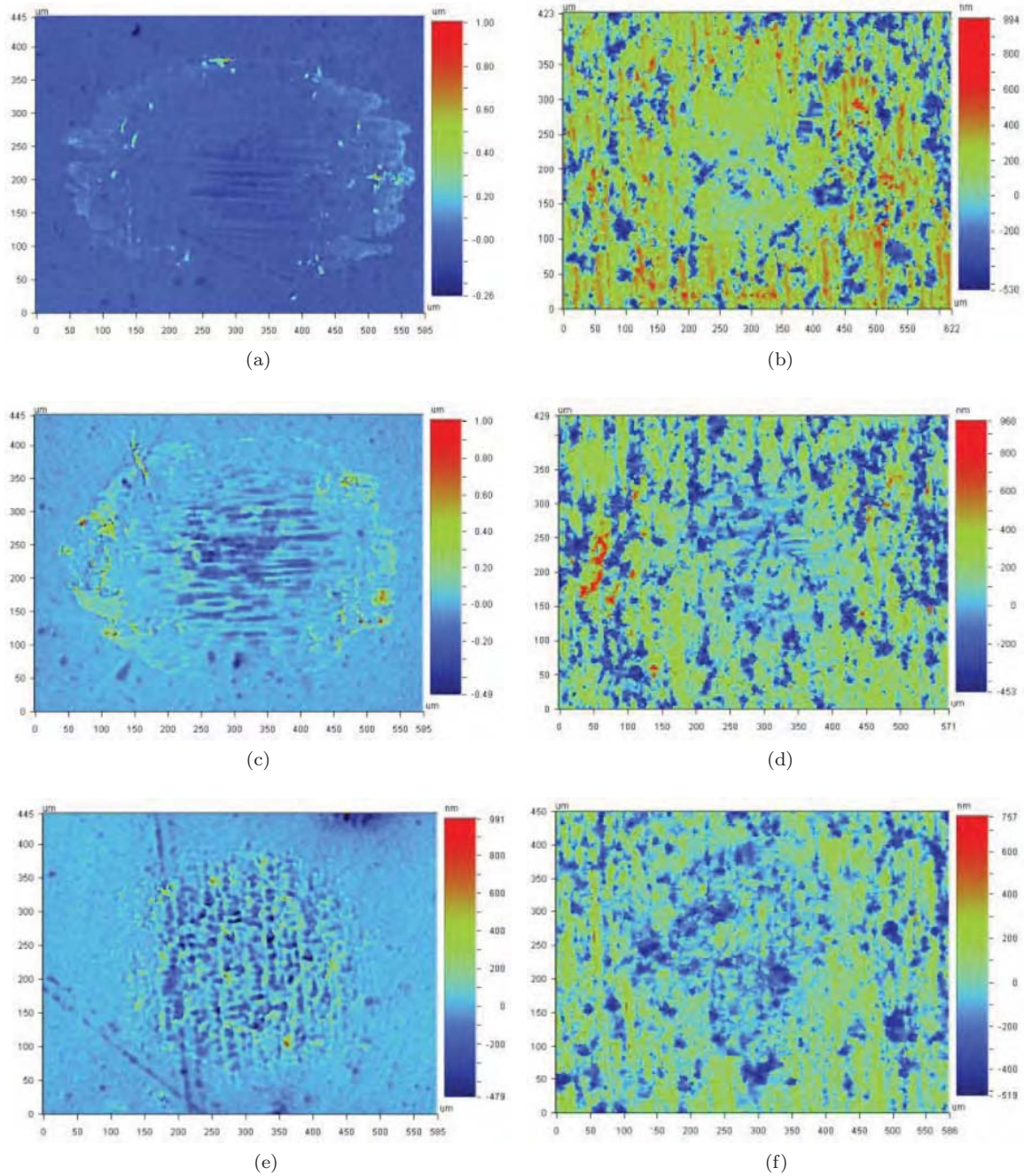


FIGURE 4.26: Relevés topographiques des traces d'usure sur le disque A99S2 (gauche) et son frotteur A99 (droite) après essais à chargement constant (a) 12 N, (b) 36 N, (c) 49 N ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Pour les essais menés à charges progressives, on retrouve, sur la zone périphérique du disque et du frotteur des vagues successives de débris éjectés correspondant à la réduction régulière de l'amplitude de déplacement à chaque palier de charge (fig. 4.25),

ainsi qu'une étroite zone annulaire, intercalée entre zone centrale et périphérique, généralement dépourvue de débris (fig. 4.25).

Les essais à charges progressives (tableau 4.22), comme les essais à charge constante (tableau 4.23), montrent que les valeurs de volume d'usure obtenues pour les disques sont systématiquement négatives, ce qui implique un volume de matière rapportée (transfert) V_d^+ toujours supérieur au volume de matière enlevée V_d^- .

En revanche, les volumes d'usure des frotteurs sont positifs et traduisent bien une perte nette de matière. On constate également que le volume d'usure global du contact reste bien positif (perte nette de matière du contact). L'usure provient donc essentiellement du frotteur et l'échantillon est peu altéré avec présence majoritaire de transfert de matière.

Les valeurs des taux d'usure K et ε permettent également les comparaisons. Ces valeurs sont amplifiées pour les charges proches du seuil de grippage (tableau 4.23). Ainsi, K varie de 0,16 à $0,63 \cdot 10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ pour l'échantillon A99S2 selon les essais hors grippage alors que les valeurs de ε sont plus dispersées entre 0,33 et $1,56 \cdot 10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$. Les résultats tendent à penser que cette fois, les essais à charges progressives qui conduisent à une moindre usure.

TABLE 4.22: Volumes d'usure sur le disque A99S2, sur le frotteur A99 et sur le couple A99/A99S2, avec les taux d'usure K et ε en chargement progressif.

Échantillon	V_d (μm^3) ^(a)	V_p (μm^3) ^(a)	V_c (μm^3) ^(a)	V_c/D_0 ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	K ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	ε ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$) ^(a)
A99S2	-0,63	53,92	53,30	3,66	0,21	0,46

^(a) : Multiplié par 10^3 .

TABLE 4.23: Volumes d'usure sur le disque A99S2, sur le frotteur A99 et sur le couple A99/A99S2, avec les taux d'usure K et ε à différentes charges constantes.

Charge appliquée P (N)	V_d (μm^3) ^(a)	V_p (μm^3) ^(a)	V_c (μm^3) ^(a)	V_c/D_0 ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	K ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	ε ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$) ^(a)
12	-1,09	34,97	33,88	3,14	0,26	0,50
18	-0,82	27,72	26,90	2,86	0,16	0,33
24	-1,04	31,84	30,80	3,95	0,16	0,40
30	-0,84	95,81	94,97	18,99	0,63	1,56
36	-0,64	38,33	37,68	10,47	0,29	0,73
39	-0,66	44,77	44,11	11,61	0,30	0,81
45	-1,22	28,23	27,02	27,02	0,60	1,53
49	-0,62	43,56	42,95	42,95	0,88	2,54
51	-0,12	46,00	45,87	57,34	1,12	3,39

^(a) : Multiplié par 10^3 .

La figure 4.27 montre les évolutions de V_c/D_0 et V_c/E_{dt} en fonction de P pour l'alumine A99S2 à charges constantes. La pente de la courbe $V_c/D_0 (P)$ représente le taux d'usure K . Sachant que les charges proches du seuil de grippage ne sont pas vraiment représentatives, la valeur de $K = 0,41 \pm 0,14 \cdot 10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ obtenue par régression linéaire pour A99S2 est relativement bien corrélée aux valeurs expérimentales malgré une forte dispersion. La courbe $V_c/E_{dt} (P)$ montre une évolution proche de celle de $V_c/D_0 (P)$. Cependant celle-ci devrait être indépendante de P , ce qui ne semble pas le cas. Ainsi le taux d'usure $\varepsilon = 0,65 \pm 0,34 \cdot 10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ compte tenu de sa forte dispersion, semble moins pertinent pour ces essais.

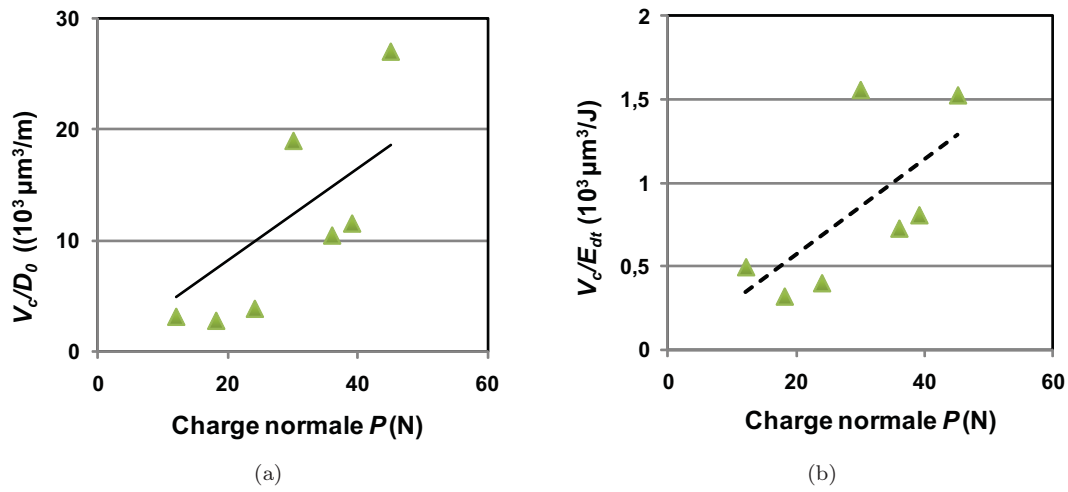


FIGURE 4.27: Évolution de $V_c/D_0 (P)$ dont la pente donne le taux d'usure K et évolution de $\varepsilon (P)$ pour l'alumine A99S2 à charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

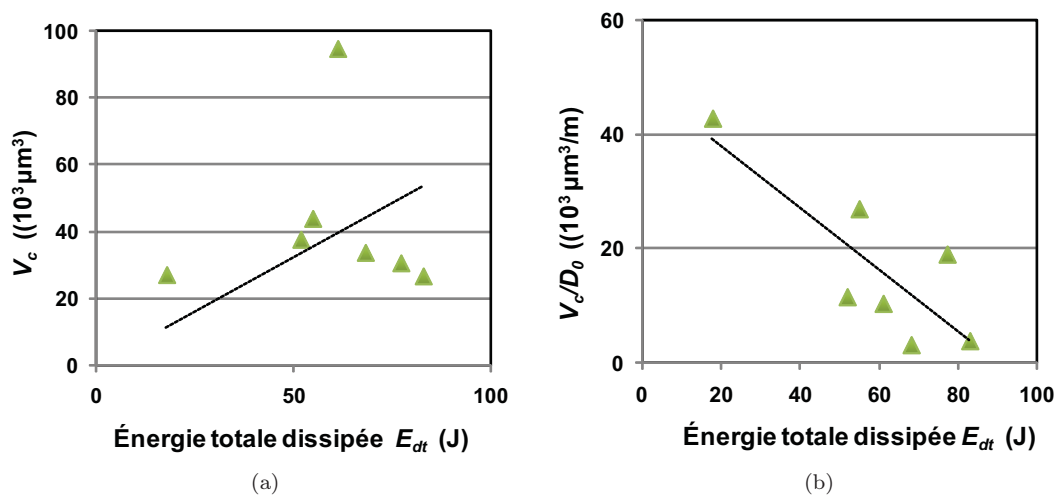


FIGURE 4.28: Évolution de $V_c (E_{dt})$ et $V_c/D_0 (E_{dt})$ pour l'alumine A99S2 à charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

La figure 4.28 montre les évolutions de V_c et V_c/D_0 en fonction de l'énergie dissipée E_{dt} . Le volume d'usure semble indépendant de l'énergie dissipée dans le contact si bien que le volume usé par unité de distance de glissement suit une loi décroissante, un résultat difficile à interpréter.

c) Précision de mesure sur les taux d'usure

L'incertitude de mesure sur les volumes est relativement importante sur des volumes aussi faibles. De plus, la précision de la position du plan de référence est un facteur critique pour l'obtention d'une mesure fiable. Enfin, l'ouverture du contact perturbe profondément la cohésion des couches de débris et la répartition des transferts entre échantillon et frotteur. Les incertitudes sur les taux d'usure sont alors données par les relations suivantes :

$$\Delta K = \frac{V_c}{D_0 P} \left(\frac{\Delta V_c}{V_c} + \frac{\Delta D_0}{D_0} + \frac{\Delta P}{P} \right) \quad (4.19)$$

$$\Delta \varepsilon = \frac{V_c}{E_{dt}} \left(\frac{\Delta V_c}{V_c} + \frac{\Delta E_{dt}}{E_{dt}} \right) \quad (4.20)$$

De plus, l'incertitude sur le volume du contact se définit par la somme des incertitudes des volumes mesurés sur le disque et le frotteur :

$$\Delta V_c = \Delta V_d + \Delta V_p \quad (4.21)$$

L'incertitude relative sur le volume du disque $\Delta V_d / V_d$ est de l'ordre 5%, qui est la somme de l'incertitude sur la répétabilité de mesure (4%) due au choix du plan de référence et l'incertitude de l'instrument (1%) donnée du constructeur du profilomètre optique. L'incertitude relative sur le volume du frotteur $\Delta V_p / V_p$ est de l'ordre de 8% incluant l'incertitude relative sur la mesure de la trace d'usure du frotteur de l'ordre (7%) et l'incertitude relative sur le rayon du frotteur de (1% tolérance d'usinage). Donc, l'incertitude relative sur le volume d'usure du contact $\Delta V_c / V_c$ vaut 13%. L'incertitude absolue du déplacement est égale $\Delta \delta = 2 \mu\text{m}$. Ainsi, l'incertitude absolue sur la distance de glissement ΔD_0 est :

$$\Delta D_0 = 4N \cdot \Delta \delta \quad (4.22)$$

N est le nombre de cycles. Si on admet que $\Delta D_0 \approx \Delta D_i$, l'incertitude relative sur la distance de glissement vaut de l'ordre de 2,7%. La précision du capteur d'effort $\Delta Q/Q$ est de 2%. L'incertitude du poids $\Delta P/P$ est de l'ordre de 1%. En définitive, l'incertitude relative sur le taux d'usure K est de 17% et l'incertitude relative sur le coefficient énergétique d'usure ε est de 18 %.

d) Observations des traces d'usure des nanocomposites alumine-FeCr

Les observations des échantillons de composites FeCr révèlent les mêmes faciès généraux que pour les aluminés : fins débris recouvrant la surface de glissement et couronnes de débris agglomérés autour de la trace (fig. 4.29). On remarque cependant que le film de débris dans la trace est plus cohésif, plus couvrant et mieux adhérent que celui observé avec les aluminés.

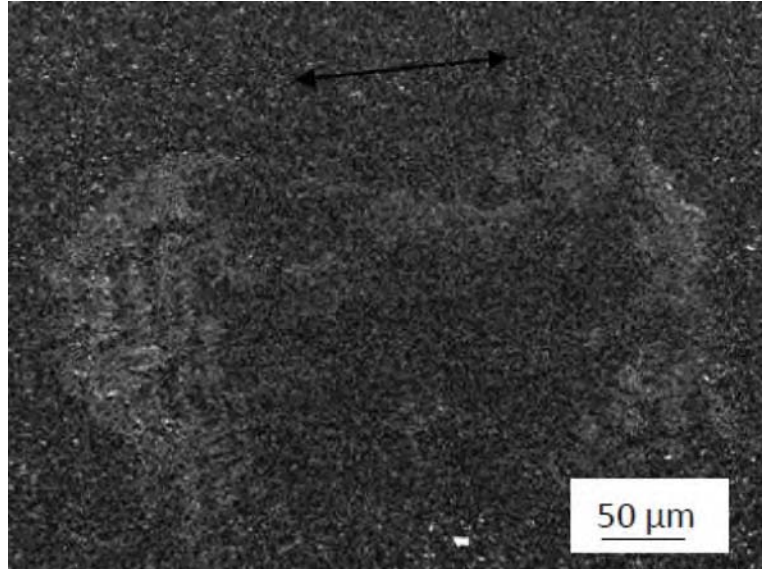


FIGURE 4.29: Vue générale de la trace sur 7FC2 à charge progressive, essai mené jusqu'à 48 N ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles).

Le disque 7FC2 présente également une couronne de débris autour de la trace, mais révèlent un film de débris compacté assez fin moins de $1 \mu\text{m}$, cohésif et adhérent recouvrant en grande partie la surface de contact.

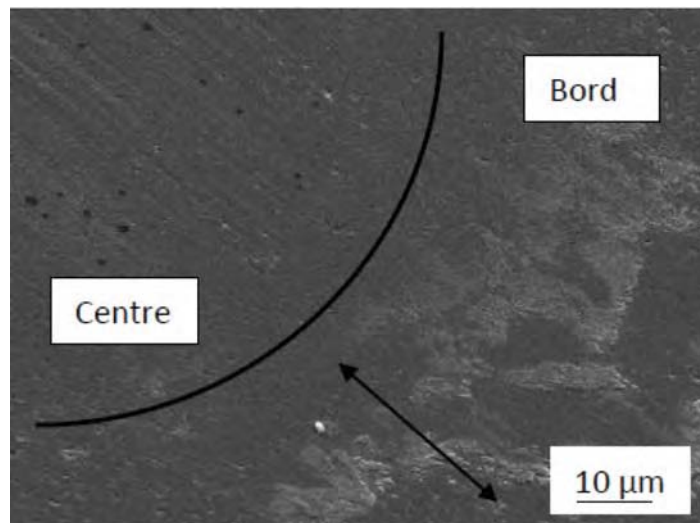


FIGURE 4.30: Vue de la limite entre centre et bord de la trace sur 7FC2 à 30 N montrant une zone dépourvue des débris.

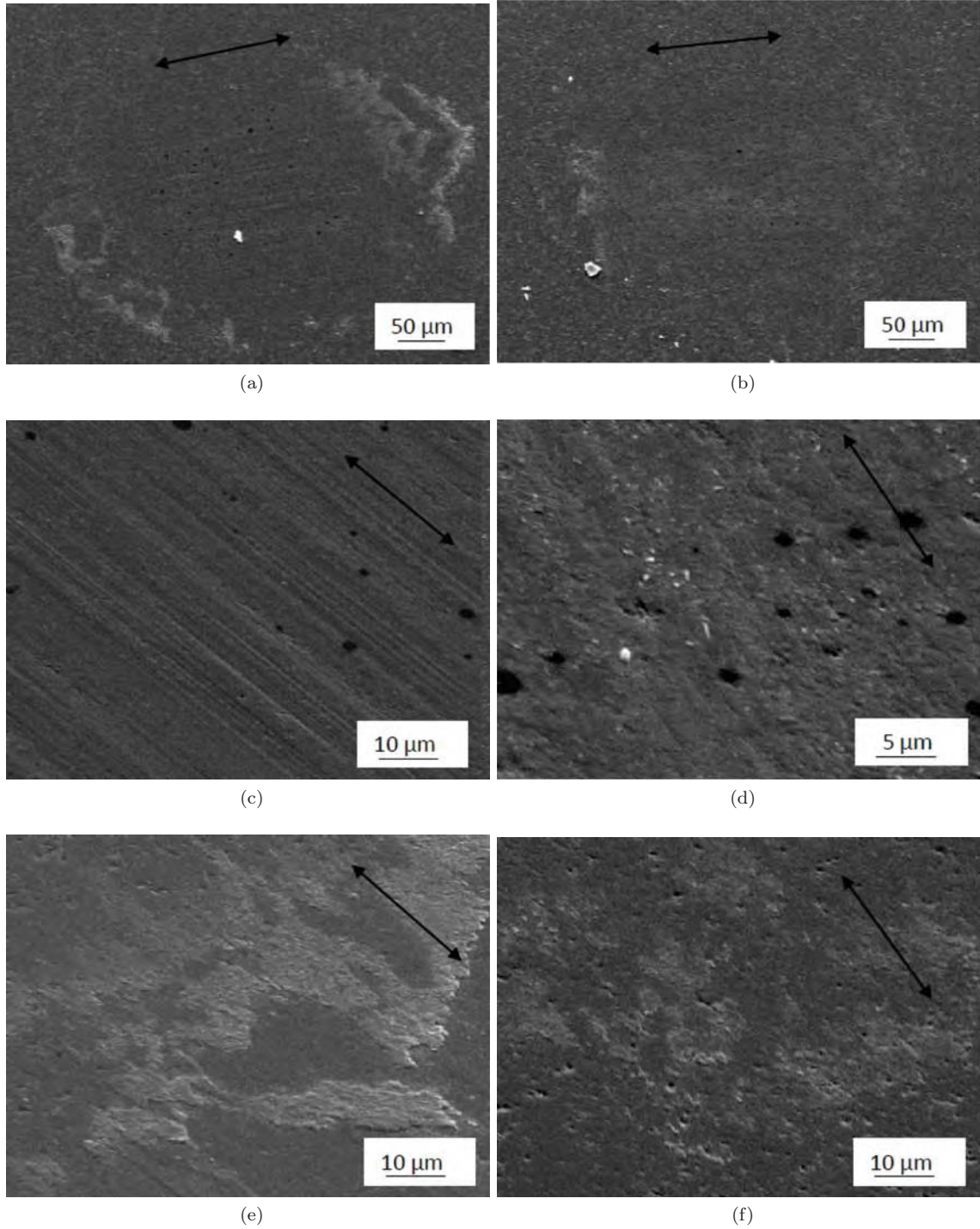


FIGURE 4.31: Traces d'usure sur le disque 7FC2 après essais à charge constante à 30 N (colonne de gauche) et 45 N (colonne de droite) (a) et (b) vues générales (c) et (d) centre de la trace (e) et (f) bords de la trace (extrémité droite) ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles). Les taches noires sont dues au nettoyage à l'éthanol avant la métallisation.

En chargement constant, une couche très fine de débris est présente à faible et forte charge sur la zone centrale (fig. 4.31c et d) et on distingue la zone annulaire dépourvue de débris intercalée entre zone centrale et périphérique (fig. 4.30). Cette zone devient moins visible à 45 N (fig. 4.31b). La faible quantité de débris hors du contact montre que l'éjection des débris diminue près du grippage (fig. 4.31f). Les analyses EDX n'ont pas donné d'informations sur la répartition des particules FeCr dans les traces d'usure. Aucune accumulation de particules métalliques n'a été observée.

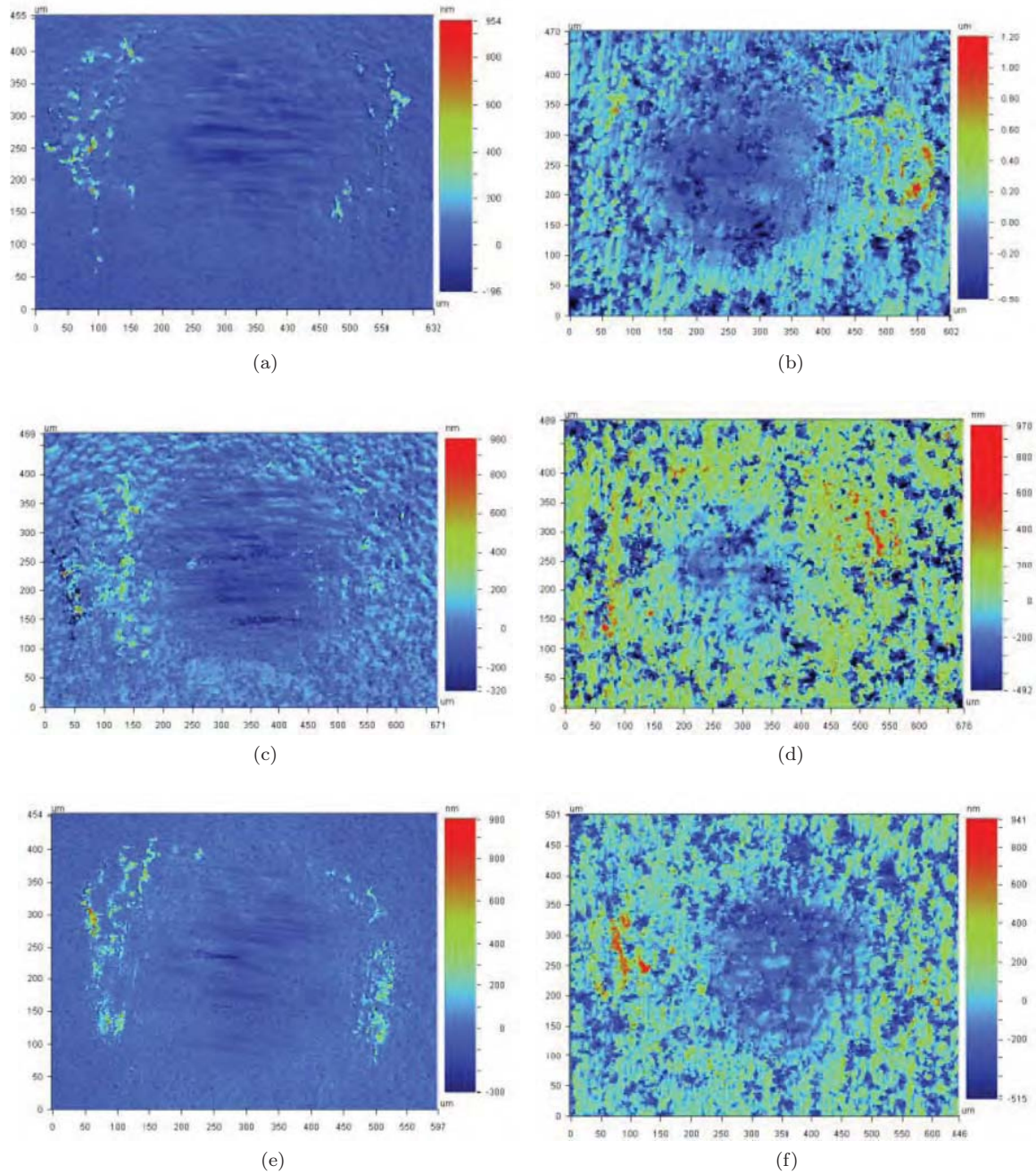


FIGURE 4.32: Relevés topographiques des traces d'usure sur les disques (a) 7FC2, (c) 10FC2, (e) 20FC2 associés à l'un frotteur A99 respectivement (b), (d) et (f) après essai à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4 \text{ cycles}$).

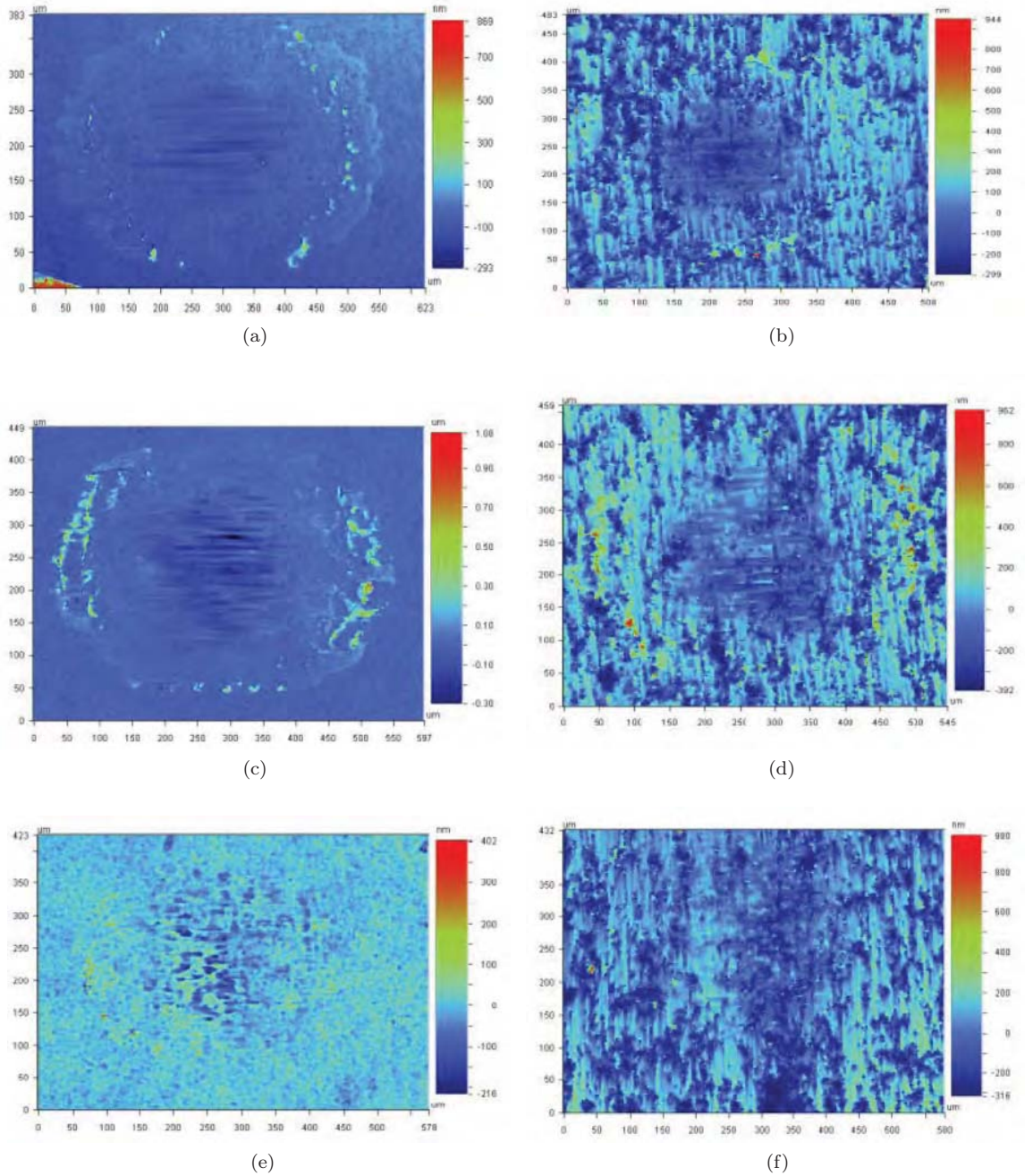


FIGURE 4.33: Relevés topographiques des traces d'usure sur le disque 7FC2 (gauche) et son frotteur A99 (droite) après essais à chargement constant (a) 15 N, (b) 36 N, (c) 48 N ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

e) Mesure d'usure des nanocomposites alumine-FeCr

Des relevés topographiques des disques 7FC2, 10FC2 et 20FC2 ainsi ceux des frotteurs correspondants sont donnés à la figure 4.32. Comme pour les aluminés, les nanocomposites avec FeCr présentent une usure faible largement compensée par la présence de transferts alors que les frotteurs sont notablement plus altérés en particulier le frotteur A99 en contact avec l'échantillon 7FC2 (fig. 4.33).

Ainsi les volumes d'usure des nanocomposites sont comparables à ceux des aluminés, les volumes d'usure des frotteurs sont fortement réduits en particulier face aux nanocomposites à forte teneur métallique 10FC2 et 20FC2 (tableau 4.24).

En chargement progressif, les taux d'usure K et ε diminuent avec l'augmentation en teneur de FeCr (tableau 4.24). A charge constante, le taux d'usure varie de 0,01 à $0,4 \cdot 10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ et le taux ε varie de 0,02 à $0,96 \cdot 10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$ hors grippage (tableau 4.25). On remarque de nouveau que les essais à charges progressives conduisent à des taux d'usure plus faibles qu'à charge constante et que l'augmentation de la teneur de particules métalliques réduit fortement les taux d'usure (fig. 4.36).

TABLE 4.24: Volumes d'usure sur les disques 7FC2, 10FC2 et 20FC2, sur le frotteur A99 et les couple A99/7FC2, A99/10FC2 et A99/20FC2 avec les taux d'usure K et ε en chargement progressif.

Échantillon	V_d (μm^3) ^(a)	V_p (μm^3) ^(a)	V_c (μm^3) ^(a)	V_c/D_0 ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	K ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	ε ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$) ^(a)
7FC2	-5,36	43,56	38,20	2,52	0,16	0,36
10FC2	2,45	2,69	5,14	0,39	0,03	0,06
20FC2	-3,08	4,90	1,82	0,13	0,01	0,02

^(a) : Multiplié par 10^3 .

TABLE 4.25: Volumes d'usure sur le disque 7FC2, sur le frotteur A99 et le couple A99/7FC2, avec les taux d'usure K et ε à différentes charges constantes.

Charge appliquée P (N)	V_d (μm^3) ^(a)	V_p (μm^3) ^(a)	V_c (μm^3) ^(a)	V_c/D_0 ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	K ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	ε ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$) ^(a)
15	-0,48	33,58	33,10	3,09	0,21	0,52
30	-3,64	58,25	54,61	10,00	0,33	0,82
36	-2,68	55,34	52,66	14,47	0,40	0,96
45	-0,95	29,11	28,16	10,83	0,24	0,69
48	-1,25	30,36	29,11	72,78	1,52	4,64

^(a) : Multiplié par 10^3 .

Les figures 4.34 et 4.35 montrent respectivement les évolutions des volumes d'usure V_c normalisés par la distance parcourue D_0 ou par l'énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P ainsi que les évolutions de V_c et V_c/D_0 en fonction de E_{dt} . Les tendances observées sont de nouveau très dispersées en grande partie en raison des difficultés de mesure des différents volumes.

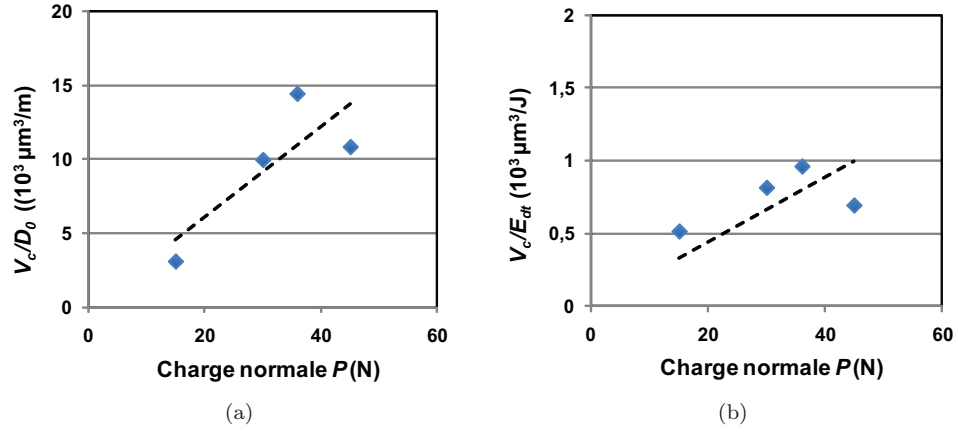


FIGURE 4.34: Évolution de V_c/D_0 (P) dont la pente donne le taux d'usure K et évolution de ε (P) pour le nanocomposite 7FC2 à charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

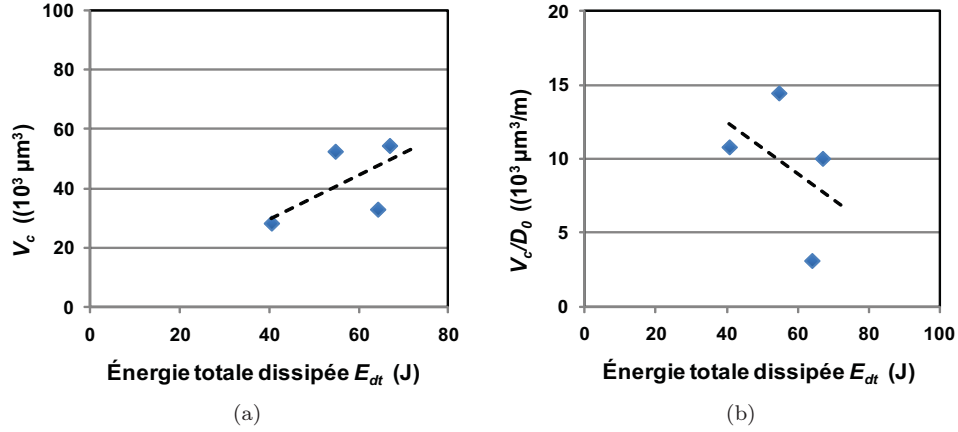


FIGURE 4.35: Évolution de V_c (E_{dt}) et V_c/D_0 (E_{dt}) pour le nanocomposite 7FC2 à charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

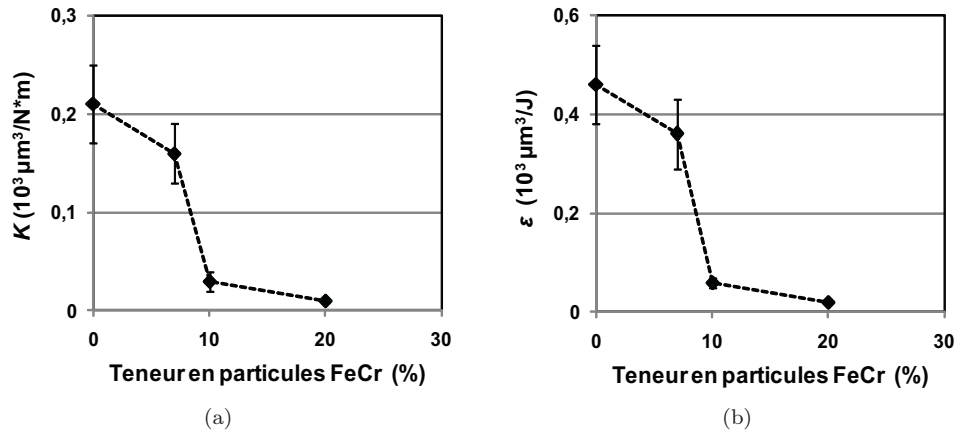


FIGURE 4.36: Évolution des taux d'usure K et ε en fonction de la teneur en particules de FeCr pour les essais effectués à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles).

f) Synthèse des résultats

Les observations des traces d'usure et les relevés topographiques effectués sur des aluminés A99S2 et des nanocomposites alumine-FeCr à différentes teneurs en particules métalliques, ont donné les résultats suivants :

- Les observations microscopiques des traces d'usure ont montré la formation d'une fine couche de transfert sur la surface des disques alors que les surfaces des frotteurs présentaient de plus fortes dégradations sous forme de microabrasion. Un mécanisme d'accommodation de vitesse par cisaillement entre le 3^e corps adhérent au composite et le 1^e corps du frotteur a été proposé.
- Les mesures des volumes usés ont permis de conclure que l'essentiel de la matière enlevée provenait du frotteur en alumine A99. Les taux d'usure K (approche d'Archard) et ε (approche énergétique) calculés montrent des évolutions très similaires bien que ces deux paramètres soient entachés d'une forte dispersion.
- La présence de particules métalliques a fortement réduit les taux d'usure à partir d'une teneur de 10% FeCr (fig. 4.36). Enfin, le mode de chargement par charges progressives est préférable au mode par chargement constant pour réduire l'usure (tableau 4.26).

TABLE 4.26: Synthèse des paramètres d'usure calculés dans différentes conditions de chargement ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

Échantillon	Mode de chargement	K ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)	ε ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$)
A99S2	progressif	$0,21 \pm 0,04$	$0,46 \pm 0,08$
7FC2	progressif	$0,16 \pm 0,03$	$0,36 \pm 0,07$
10FC2	progressif	$0,03 \pm 0,01$	$0,06 \pm 0,01$
20FC2	progressif	$0,01 \pm 0,002$	$0,02 \pm 0,003$
A99S2	constant	$0,41 \pm 0,14$	$0,65 \pm 0,34$
7FC2	constant	$0,30 \pm 0,08$	$0,74 \pm 0,20$

4.1.5. COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DES NANOCOMPOSITES Al₂O₃-Fe-NTC

a) Influence de la teneur des particules de fer et des NTC

Deux composites 3N5F et 4N7F avec des différentes teneurs en particules de fer et nanotubes de carbone ont été étudiés en chargement progressif. Comme précédemment, les paramètres associés à chaque palier aussi que les bûches de fretting avec l'évolution de la distance parcourue D_0 et de la force tangentielle Q en fonction de la charge appliquée P sont données dans les tableaux 4.27 et 4.28 et les figures 4.37 et 4.38. Il

est à noter que ces deux composites n'ont pas été élaborés dans les mêmes conditions de frittage.

TABLE 4.27: Paramètres de frottement du couple A99/3N5F à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	3,16	2,59	8,18	0,53
9	4,00	2,46	9,84	0,44
12	5,40	2,22	11,98	0,45
15	7,13	1,81	12,88	0,48
18	11,26	0,97	10,97	0,63
21	14,31	0,52	7,51	0,68

TABLE 4.28: Paramètres de frottement du couple A99/4N7F à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	3,02	2,53	7,66	0,50
9	4,24	2,34	9,92	0,47
12	5,42	2,17	11,77	0,45
15	6,43	1,92	12,32	0,43
18	12,78	0,48	6,08	0,71
21	16,23	0,23	3,68	0,77
27	17,13	0,08	1,41	0,63
30	17,05	0,09	1,47	0,57
33	16,50	0,04	0,73	0,57
36	16,89	0,08	1,28	0,47

TABLE 4.29: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement progressif.

Échantillon	D_i (m)	α_0 ($\mu\text{m} \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ} \cdot \text{cycle}^{-1}$)
3N5F (faible P)	$3 \pm 0,08$	$-7,1 \pm 0,8$	$0,47 \pm 0,03$	$42,3 \pm 1,5$	$1,48 \pm 0,33$
3N5F (forte P)	$3 \pm 0,08$	$-11,5 \pm 0,5$	$0,66 \pm 0,06$	$26,1 \pm 0,5$	$1,29 \pm 0,24$
4N7F (faible P)	$3 \pm 0,08$	$-7,2 \pm 0,3$	$0,45 \pm 0,03$	$42,3 \pm 0,6$	$1,41 \pm 0,21$
4N7F (forte P)	$3 \pm 0,08$	$-13,5 \pm 0,8$	$0,75 \pm 0,06$	$22,2 \pm 0,5$	$1,25 \pm 0,24$

Les deux composites 3N5F et 4N7F présentent à faibles charges les comportements linéaires observés avec les précédents échantillons. Les valeurs calculées dans ce do-

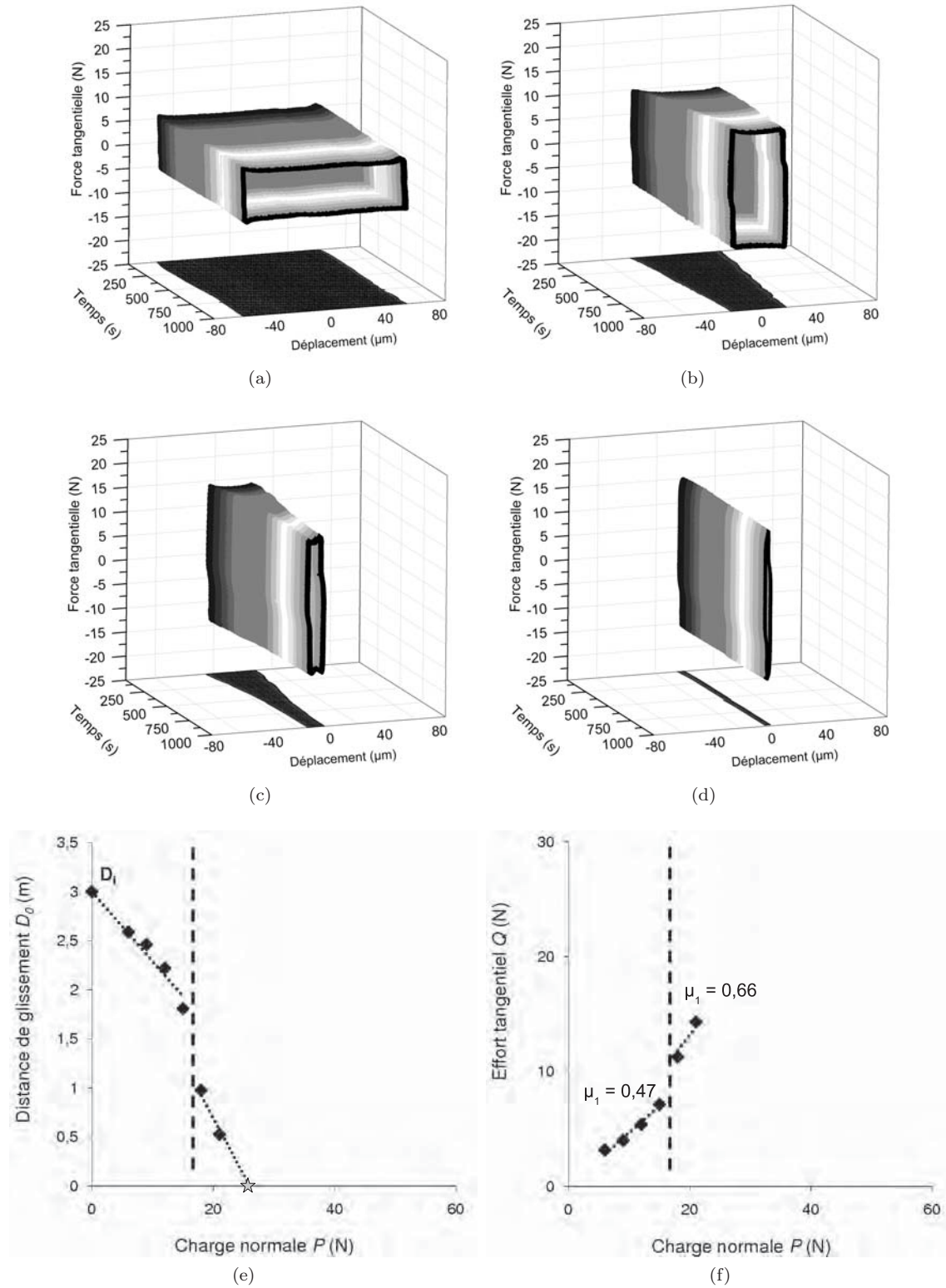


FIGURE 4.37: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/3N5F pour les charges (a) 12 N, (b) 18 N, (c) 21 N, (d) 24 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0 , et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge normale P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

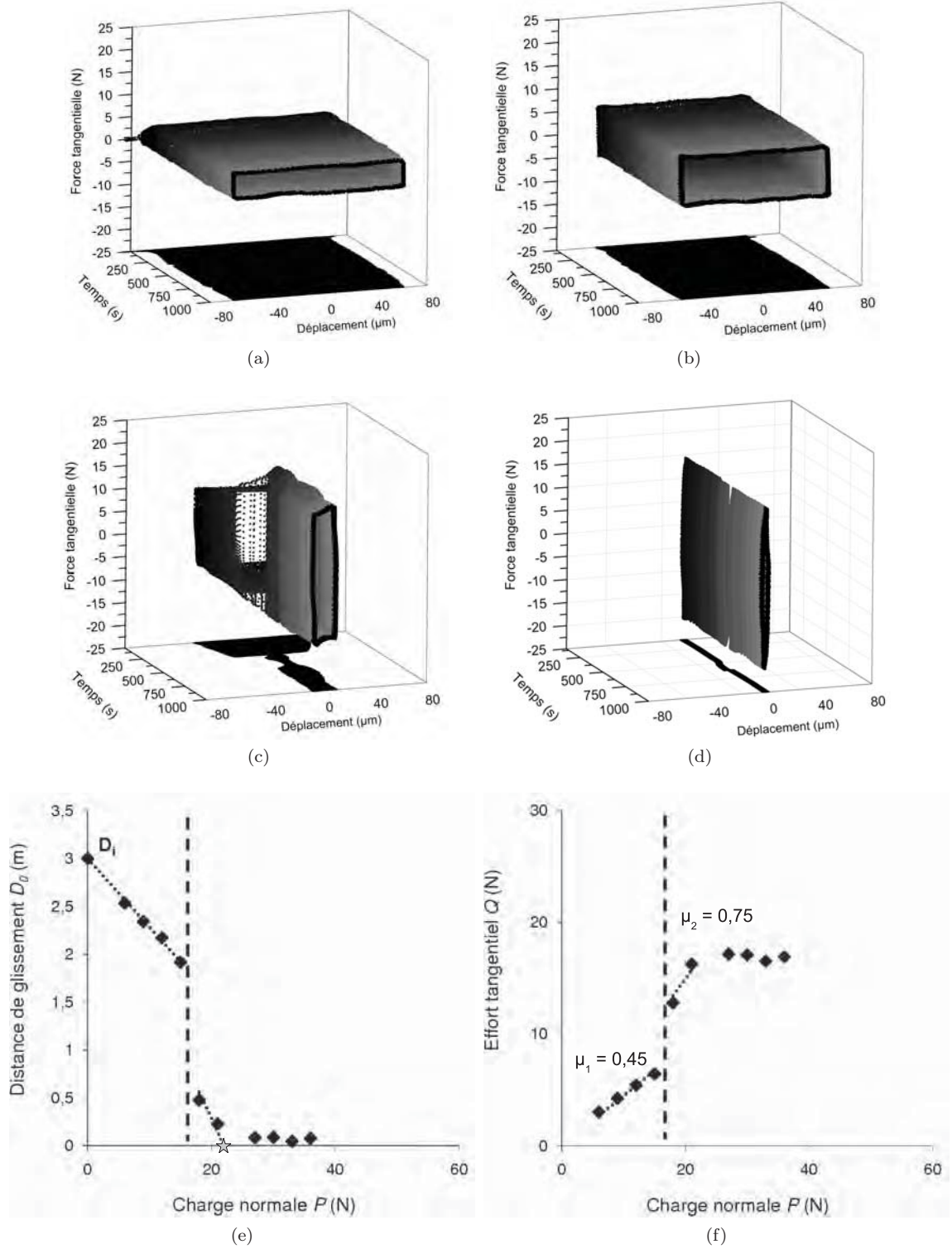


FIGURE 4.38: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/4N7F pour les charges (a) 6 N, (b) 12 N, (c) 18 N, (d) 30 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0 , et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge normale P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles par palier).

maine de faibles charges sont tout à fait comparables à celles obtenues précédemment (tableau 4.29) : les taux de glissement sont très proches, voire égaux aux séries précédentes avec cependant des coefficients de frottement parmi les plus élevés (0,45). L'extrapolation à distance nulle donnerait même des seuils de grippage très honorables de l'ordre de 42 N.

Ce comportement est brutalement interrompu par une chute de l'amplitude de débattement et une forte augmentation du coefficient de frottement à une charge comprise entre 15 et 18 N (fig. 4.37f et 4.38f). Les seuils de grippage sont rapidement atteints pour les deux composites avec une valeur de 26,1 N pour le 3N5F (fig. 4.37e) et seulement 22,2 N pour le 4N7F (fig. 4.38e).

b) Reproductibilité

Trois essais supplémentaires ont été réalisés dans les mêmes conditions de chargement à charges progressives sur le composite 4N7F (de 6 N à 30 N par palier de 3 N tous les 10^4 cycles) avec un frotteur A99 (fig. 4.39). Les résultats confirment la décroissance linéaire de la distance parcourue avec l'augmentation de l'effort normal à faible charge avec une bonne reproductibilité. Le décrochement entre 15 et 18 N est également systématiquement observé. En revanche, le comportement après le décrochement est nettement plus perturbé. L'amplitude de la réduction de la distance parcourue après le décrochement à 18 N peut s'échelonner entre 0,5 m et près de 2 m.

Dans le cas d'un décrochement important (2 m), la distance de glissement reste très faible et constante avec la charge jusqu'au grippage proprement dit (fig. 4.39a) alors que la force de frottement reste elle-même élevée et constante (fig. 4.39b).

Dans le cas d'un décrochement intermédiaire (1,5 m), la distance parcourue se maintient encore un peu jusqu'au seuil de grippage (fig. 4.39c) alors que la force de frottement continue à croître (fig. 4.39d).

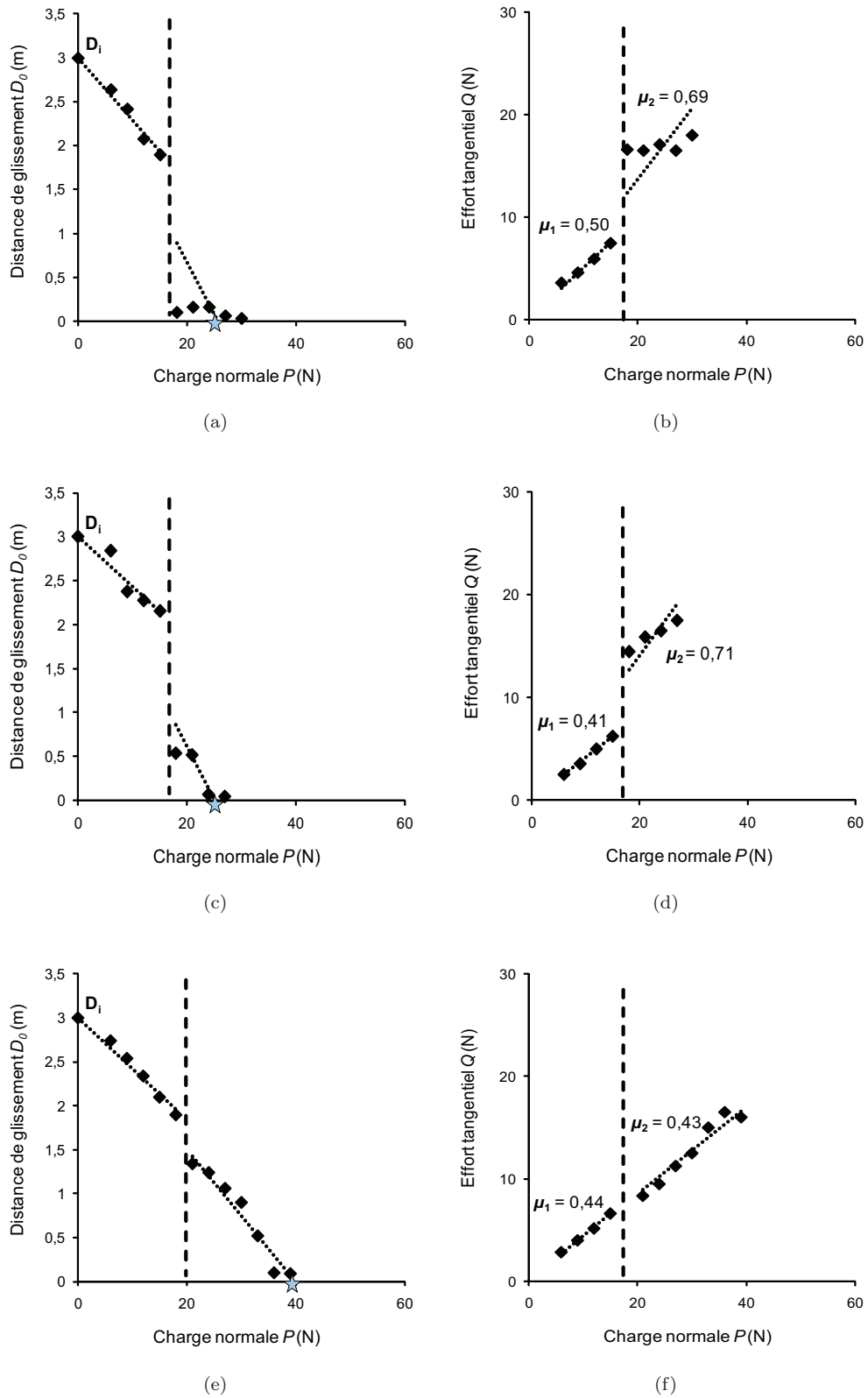


FIGURE 4.39: Reproductibilité : (a), (c) et (e) évolution de la distance de glissement D_0 (colonne gauche), et (b), (d) et (f) effort tangentiel Q (colonne droite) en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Dans le cas d'un décrochement peu important (0,5 m), l'évolution de la distance parcourue avec la charge reste peu perturbée au-delà de 18 N (fig. 4.39e). Le seuil de charge est alors maintenu à une valeur correcte et le coefficient de frottement est lui-même peu affecté (fig. 4.39f).

c) Influence du mode de chargement

Des essais à charge constante ont été réalisés sur le composite 4N7F. La même transition de charge entre 15 à 18 N identifiée en chargement progressif, est très probable, mais seul un essai à 12 N valide cette transition (fig. 4.40). Ici, le mode de chargement ne semble pas affecter notablement les résultats (tableau 4.30 et 4.31).

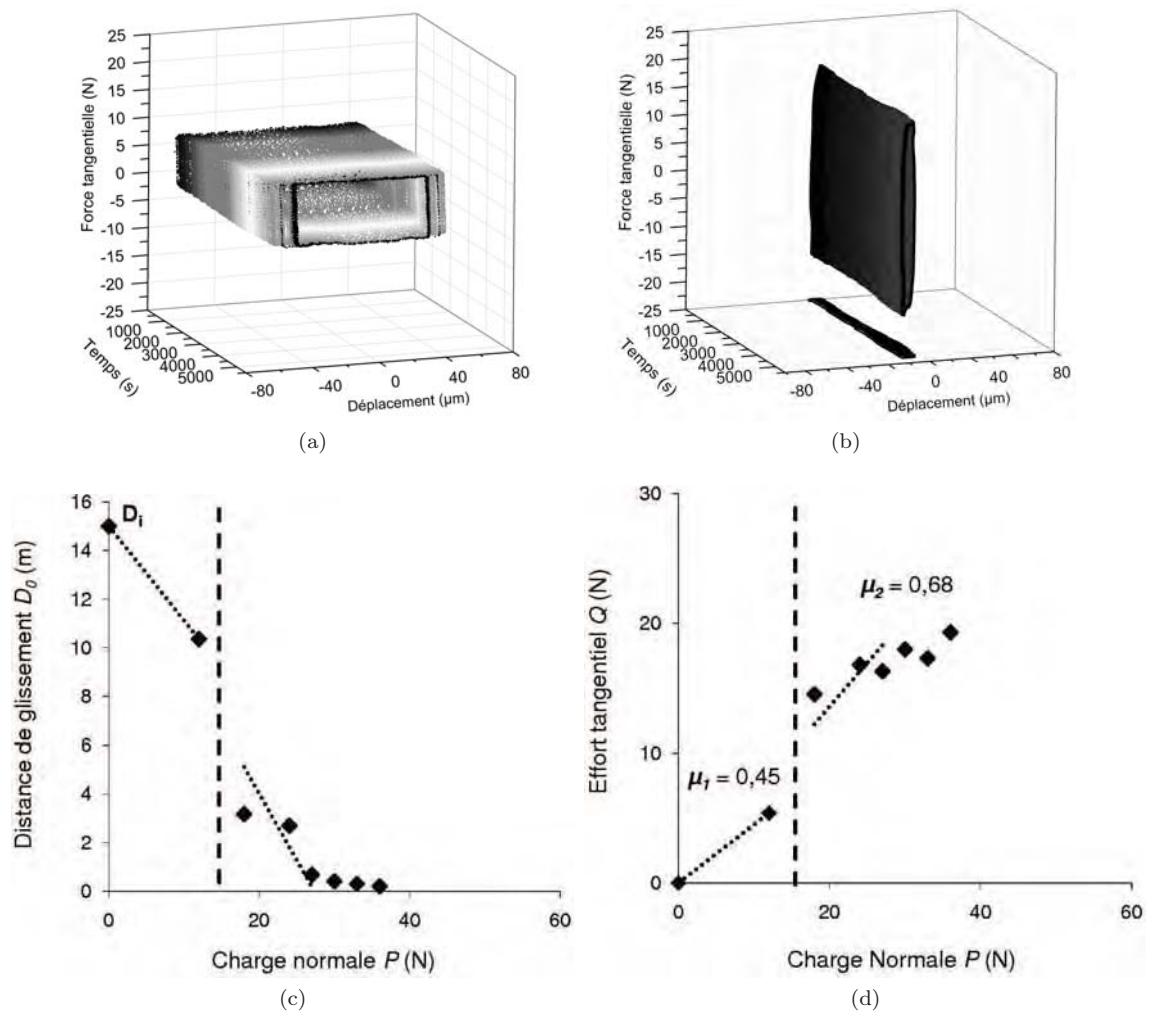


FIGURE 4.40: Bûches de fretting à charges constantes du couple A99/4N7F pour les charges (a) 12 N, (b) 24 N, (c) évolution de la distance de glissement D_0 , et (d) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

TABLE 4.30: Paramètres de frottement du couple A99/4N7F à charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	15	0	0
12	5,40	10,35	55,88	0,45
18	14,50	3,18	46,11	0,81
24	16,79	2,69	45,20	0,70
27	16,30	0,68	11,08	0,60
30	17,96	0,40	7,18	0,60
36	19,30	0,20	3,86	0,54

TABLE 4.31: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement constant.

Échantillon	D_i (m)	α_0 ($\mu\text{m} \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ} \cdot \text{cycle}^{-1}$)
4N7F (faible P)	$15 \pm 0,4$	$-7,7 \pm 0,3$	$0,45 \pm 0,02$	$38,8 \pm 0,3$	$1,31 \pm 0,18$
4N7F (forte P)	$15 \pm 0,4$	$-11,0 \pm 1,5$	$0,68 \pm 0,11$	$27,3 \pm 1,1$	$1,39 \pm 0,49$

d) Influence de l'ouverture du contact

Un essai proche de celui effectué avec l'échantillon A99S2 a été réalisé à charges progressives continues sans ouverture de contact à chaque palier de charge. L'essai commence par un palier à 6 N pendant $6 \cdot 10^3$ cycles puis se poursuit avec un incrément de charge normale de 1,5 N tous les $3 \cdot 10^3$ cycles (fig. 4.41). Les paramètres associés à cet essai sont rassemblés dans les tableaux 4.32 et 4.33.

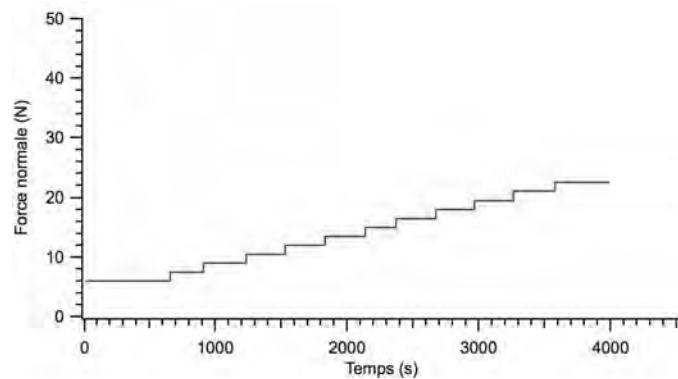
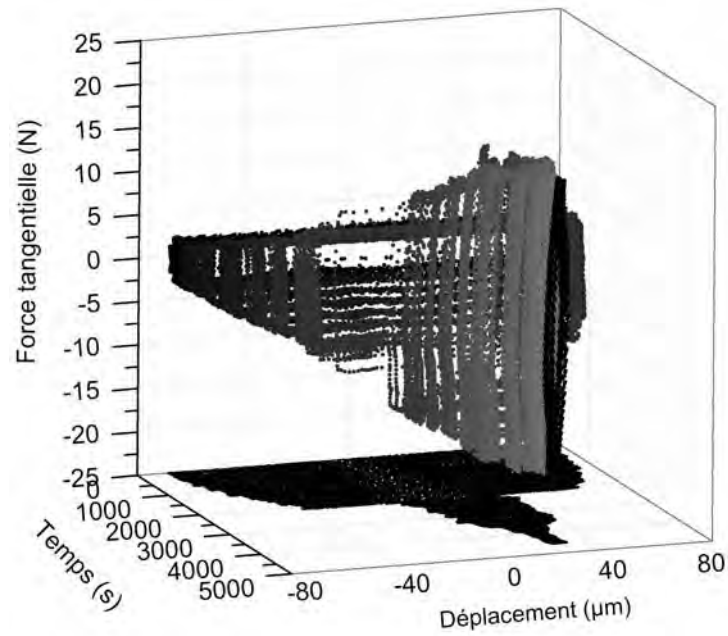
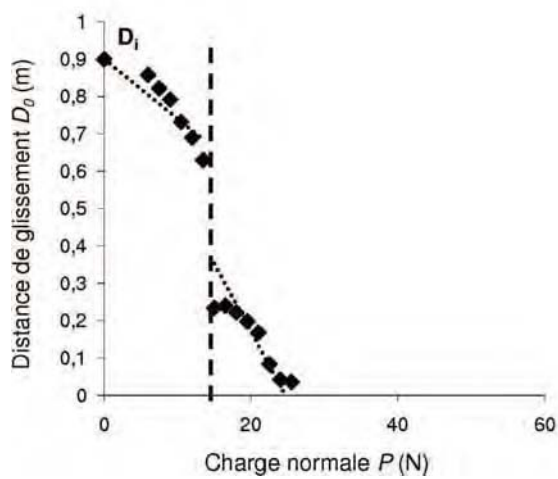


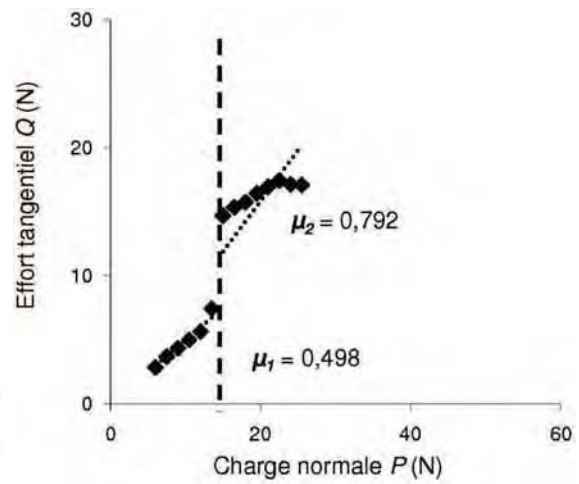
FIGURE 4.41: Paliers de charge appliqués pendant les essais à charges progressives continues : A99/4N7F. Palier initial à 6 N pendant 10 min, paliers suivants 5 min à chaque charge jusqu'au grippage.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.42: Bûche de fretting à charges progressives du couple A99/4N7F, (b) évolution de la distance de glissement D_0 , et (c) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 3 \cdot 10^3$ cycles par palier).

TABLE 4.32: Paramètres de frottement du couple A99/4N7F ($\delta_i = 75 \text{ } \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 3 \cdot 10^3 \text{ cycles}$).

Charge appliquée $P \text{ (N)}$	Effort tangentiel $Q \text{ (N)}$	Distance de glissement $D_0 \text{ (m)}$	Énergie dissipée $E_{dt} \text{ (J)}$	Q/P
6	2,85	1,72	4,90	0,48
7,5	3,7	0,82	3,04	0,62
9	4,35	0,79	3,45	0,58
10,5	5	0,73	3,66	0,56
12	5,65	0,69	3,90	0,54
13,5	7,45	0,63	4,69	0,62
15	14,7	0,23	3,44	0,98
16,5	15,35	0,24	3,68	0,93
18	15,75	0,22	3,50	0,88
19,5	16,45	0,20	3,26	0,84
21	16,95	0,17	2,85	0,81
22,5	17,45	0,08	1,47	0,78
24	17,15	0,04	0,72	0,71
25,5	17,1	0,04	0,62	0,67

La transition de charge est observée aussi bien par la chute de la distance parcourue que par l'augmentation brutale de la force tangentielle (fig. 4.42) comme pour l'ensemble des essais précédents. Comme dans le cas de l'alumine A99S2, ce mode de chargement n'a pas affecté le comportement du contact.

TABLE 4.33: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement progressif continu.

Échantillon	D_i (m)	α_0 ($\mu\text{m} \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ} \cdot \text{cycle}^{-1}$)
4N7F (faible P)	$0,9 \pm 0,03$	$-5,0 \pm 1,2$	$0,50 \pm 0,03$	$60,0 \pm 4,0$	$2,24 \pm 0,78$
4N7F (forte P)	$0,9 \pm 0,03$	$-12,0 \pm 0,7$	$0,79 \pm 0,07$	$25,0 \pm 0,5$	$1,49 \pm 0,29$

e) Énergie dissipée

Les courbes de l'énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge P montrent que la chute d'amplitude de débattement correspond approximativement à une énergie dissipée maximale (fig. 4.43). Cependant, lors des essais de reproductibilité, on observe des situations où ce maximum est situé après la transition de charge (fig. 4.44). Ces situations correspondent aux cas extrêmes observés : grande amplitude de chute du débattement (fig. 4.44a) et faible décrochement de l'amplitude (fig. 4.44c). Ce dernier cas correspond à un simple décalage du comportement en glissement sans affecter le coefficient de frottement.

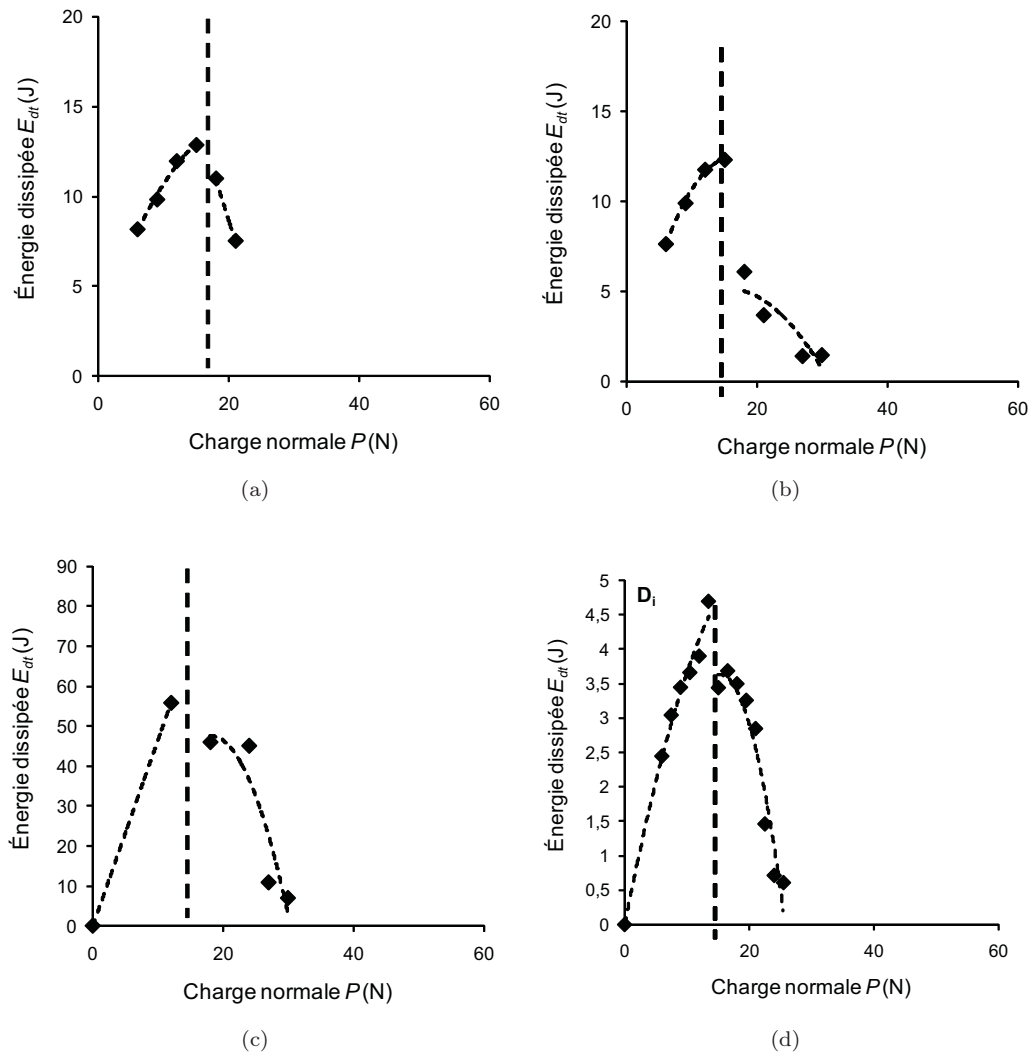


FIGURE 4.43: Évolution de la énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les 4 essais étudiés ainsi que la courbe de modélisation (a) A99/3N5F charges progressives, (b) A99/4N7F charges progressives, (c) A99/4N7F charges constantes, (d) A99/4N7F charges progressives continues ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

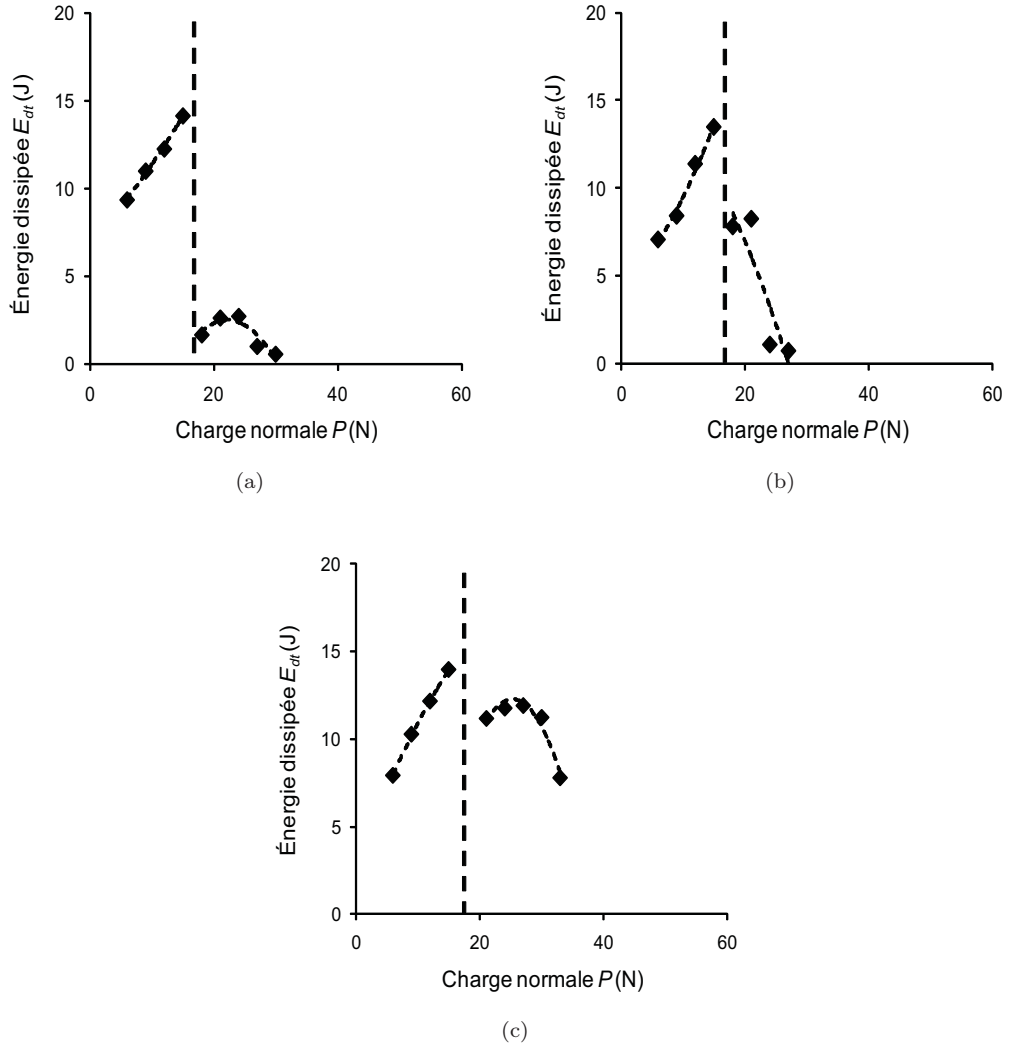


FIGURE 4.44: Reproductibilité : Évolution de la énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les 3 essais étudiés ainsi que la courbe de modélisation (a), (b) et (c) A99/4N7F charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

f) Synthèse des résultats

Des composites à matrice alumine comportant des particules métalliques de Fe et des nanotubes de carbone élaborées par SPS ont été étudiées en fretting à débattements libres. Deux teneurs en Fe et en NTC ont été sélectionnées (5%Fe-3%NTC, 7%Fe-4%NTC). Les composites alumine avec NTC se différencient des aluminés avec particules FeCr et des aluminés sans ajout par l'existence d'une transition de charge séparant deux comportements distincts (tableau 4.34) :

- un comportement à faible charge très proche, voire confondu, avec les nanocomposites sans NTC et les aluminés de référence pour les modes de chargement correspondant une transition de charge, situé à $18 \pm 1 \text{ N}$, conduisant à une brutale réduction de l'amplitude de débattement et une forte augmentation du coefficient de frottement sans apparition du grippage.

- un comportement à forte charge, de même nature que celui à faible charge (décroissance linéaire du taux de glissement et coefficient de frottement constant), mais caractérisé par des coefficients de frottement très élevés et conduisant à des seuils de grippage très bas.

TABLE 4.34: Synthèse des paramètres de fretting dans différentes conditions de chargement ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

Échantillon	Mode de chargement	α_0 ($\mu\text{m}\cdot\text{N}^{-1}\cdot\text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ}\cdot\text{cycle}^{-1}$)
3N5F (faible P)	Progressif	$-7,1 \pm 0,8$	$0,47 \pm 0,03$	$42,3 \pm 1,5$	$1,48 \pm 0,33$
4N7F (faible P)	Progressif	$-7,2 \pm 0,3$	$0,45 \pm 0,03$	$42,3 \pm 0,6$	$1,41 \pm 0,21$
4N7F (faible P)	Progressif continu	$-5,0 \pm 1,2$	$0,50 \pm 0,03$	$60,0 \pm 4,0$	$2,24 \pm 0,78$
4N7F (faible P)	Constant	$-7,7 \pm 0,3$	$0,45 \pm 0,02$	$38,8 \pm 0,3$	$1,31 \pm 0,18$
3N5F (forte P)	Progressif	$-11,5 \pm 0,5$	$0,66 \pm 0,06$	$26,1 \pm 0,5$	$1,29 \pm 0,24$
4N7F (forte P)	Progressif	$-13,5 \pm 0,8$	$0,75 \pm 0,06$	$22,2 \pm 0,5$	$1,25 \pm 0,24$
4N7F (forte P)	Progressif continu	$-12,0 \pm 0,7$	$0,79 \pm 0,07$	$25,0 \pm 0,5$	$1,49 \pm 0,29$
4N7F (forte P)	Constant	$-11,0 \pm 1,5$	$0,68 \pm 0,11$	$27,3 \pm 1,1$	$1,39 \pm 0,49$

4.1.6. USURE DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3 -Fe-NTC

Dans cette partie, nous allons étudier l'apport des particules de fer, de taille micro et nanométrique, incluant éventuellement des nanotubes de carbone (NTC) sur le comportement en usure.

a) Observations des traces d'usure des nanocomposites alumine-Fe-NTC

Pour les essais menés à charges progressives sur le disque, on observe :

- une zone centrale présentant une usure catastrophique ($200 \mu\text{m}$ de diamètre) de la surface et recouverte d'une couche de débris de très petite taille fortement cisailée et des amas de débris accumulés aux extrémités du contact, formant une couche cohésive, fragmentée et assez épaisse ($\leq 10 \mu\text{m}$) (fig. 4.45c).
- une zone périphérique constituée d'amas de débris ($1,5$ - $2,5 \mu\text{m}$ d'épaisseur) agglomérés de plus grande taille, repoussés hors du contact préférentiellement dans la direction du déplacement (fig. 4.45e).

L'observation de la trace d'usure sur le nanocomposite 3N5F étudié en chargement progressif montre un faciès de glissement caractéristique avec la présence d'un film très fin de débris couvrant l'essentielle de la trace. Des accumulations de débris de plus grande taille sont repoussées aux extrémités du contact dans le sens du déplacement du

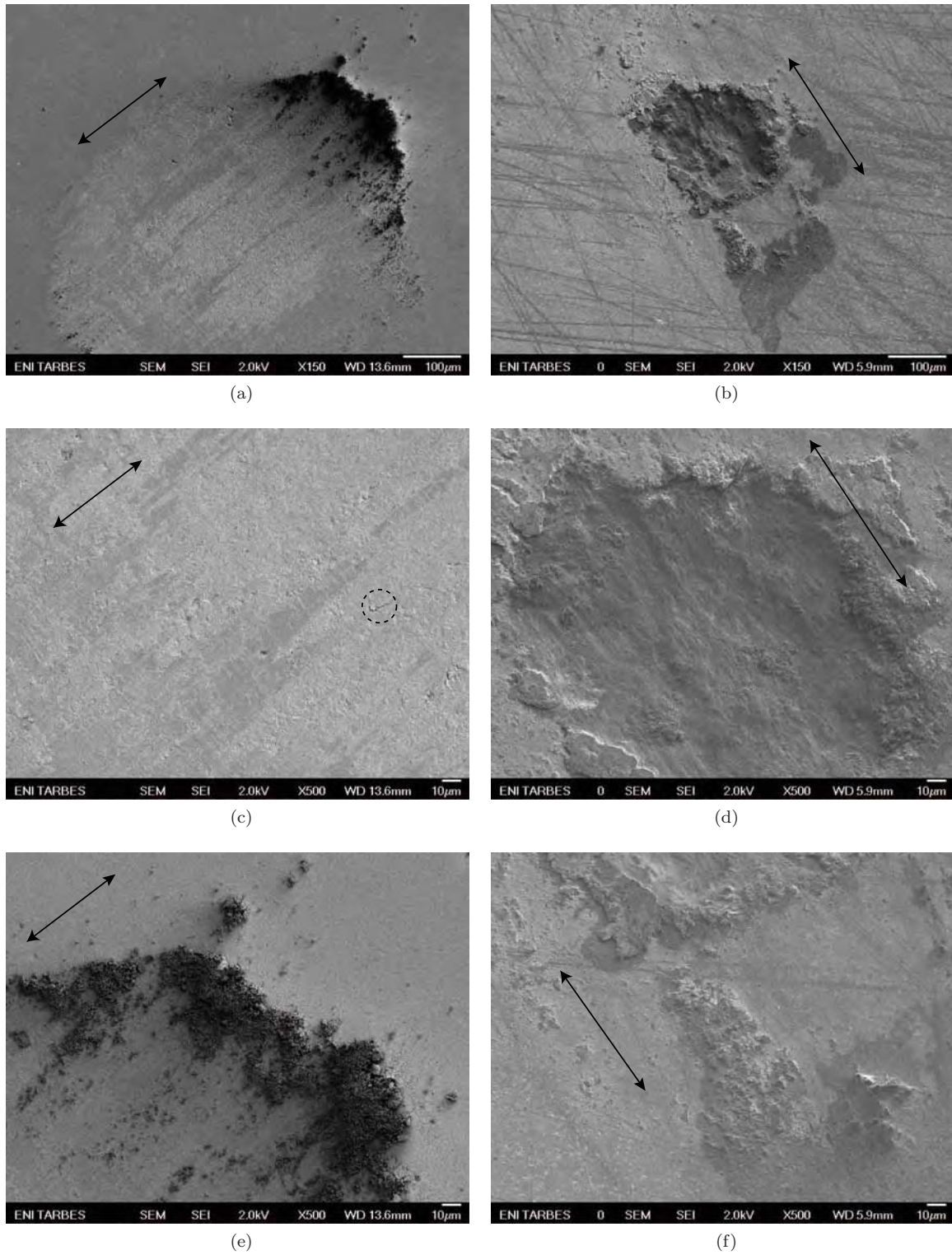


FIGURE 4.45: Traces d'usure à charge progressive sur le disque 3N5F (colonne de gauche) mené jusqu'à 21 N (grippage à 26,1 N) et sur le disque 4N7F mené jusqu'à 36 N (grippage à 22,2 N) (a) vue générale, (b) centre de la trace, (c) et (d) amas de débris en bord (extrémité droite) de la trace ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles).

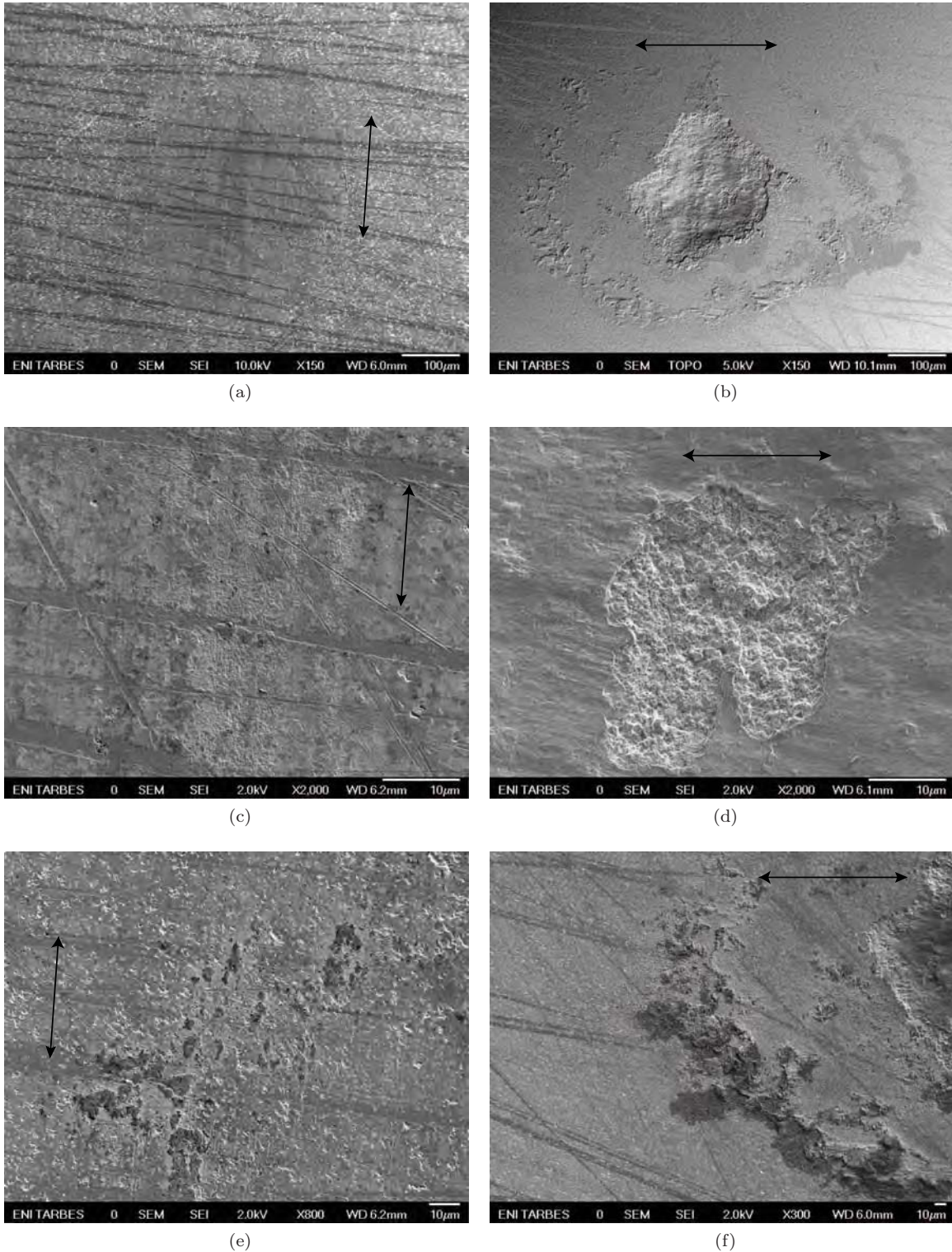


FIGURE 4.46: Traces d'usure sur le disque 4N7F après essais à charge constante à 12 N (colonne de gauche) et 18 N (colonne de droite) (a) et (b) vues générales (c) et (d) centre de la trace (e) et (f) bords de la trace (extrémité gauche) ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4 \text{ cycles}$). Les taches noires autour des débris sont à cause du nettoyage à l'éthanol avant la métallisation.

frotteur (fig. 4.45a, c, e). Ces traces d'usure montrent des similarités à celles observées sur les alumines et les nanocomposites alumine-FeCr.

La trace d'usure du nanocomposite 4N7F étudié en chargement progressif présente un faciès d'arrachement de matière dû à la séparation du contact après grippage (fig. 4.45b, d, f). En effet, cet essai a été mené jusqu'à 36 N alors que son seuil de grippage calculé est de 22,2 N. Les débris provenant du frottement lors des phases de glissement aux faibles charges ont favorisé une forte adhérence des surfaces de contact par écrasement lors des phases de grippage aux fortes charges.

En chargement constant, à faible charge, l'usure du 4N7F reste très faible et superficielle comme dans le cas du couple A99/3N5F à charges progressives (fig. 4.46a, c, e). Au delà de la transition de charge, la zone centrale du contact subit un endommagement similaire à celui observé en chargement progressif. Avec la séparation du contact après l'essai, la surface est endommagée avec des arrachements de grain sous la couche interfaciale de débris (fig. 4.46d).

b) Mesures d'usure des nanocomposites alumine-Fe-NTC

Le comportement du contact est alors inversé par rapport aux comportements des alumines et des nanocomposites avec FeCr : l'usure se produit essentiellement sur l'échantillon et le transfert de matière est situé sur le frotteur.

Pour les essais conduits à charges progressives, une profondeur d'usure de 0,6 μm est mesurée sur le nanocomposite 3N5F, du même ordre de grandeur que celles mesurées sur le frotteur (fig. 4.47). En revanche, la profondeur d'usure mesurée sur le nanocomposite 4N7F atteint environ 15 μm alors que le frotteur reste peu altéré et présente d'importants transferts d'une épaisseur de l'ordre de 1 à 2 μm (fig. 4.48).

En chargement constant à faible charge, la profondeur de la trace sur le disque et le frotteur respectivement 0,2 et 0,5 μm sont du même ordre de grandeur que ceux des alumines et les composites avec FeCr (fig. 4.49). À forte charge comme à partir de 18 N, la profondeur sur le disque peut aller jusqu'à 12 μm . La profondeur des traces sur les frotteurs reste entre 0,2-0,5 μm . Dans les deux types de chargement, les amas de débris au bord de la trace ne dépassent jamais 2,5 μm d'épaisseur.

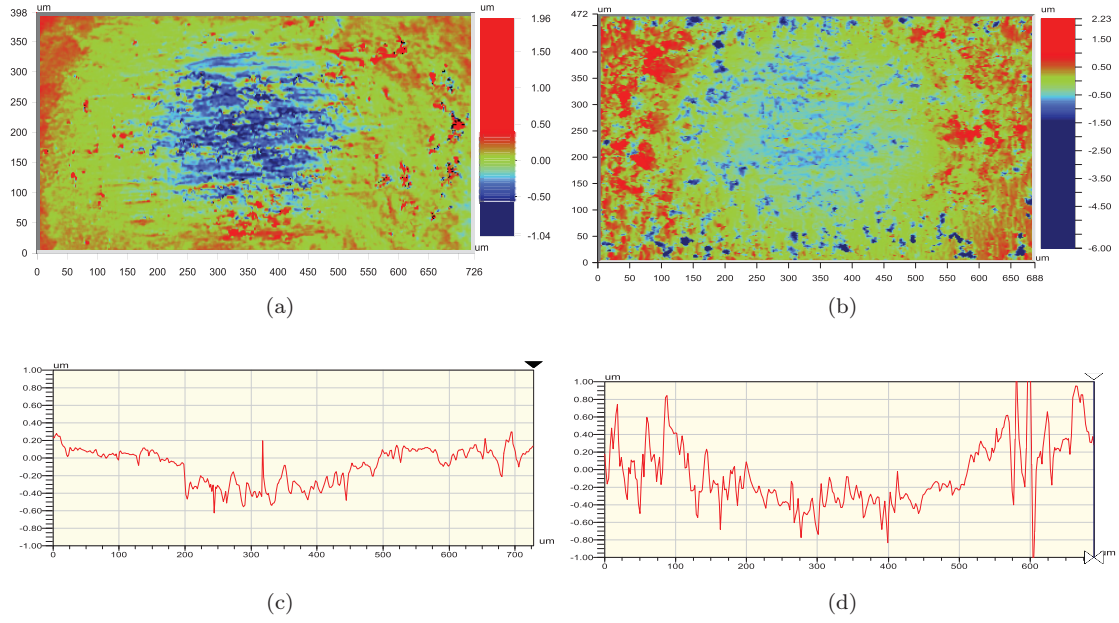


FIGURE 4.47: Relevés et profils topographiques de la trace d'usure sur le disque 3N5F (à gauche) associé à son frotteur A99 (à droite) après essai à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles).

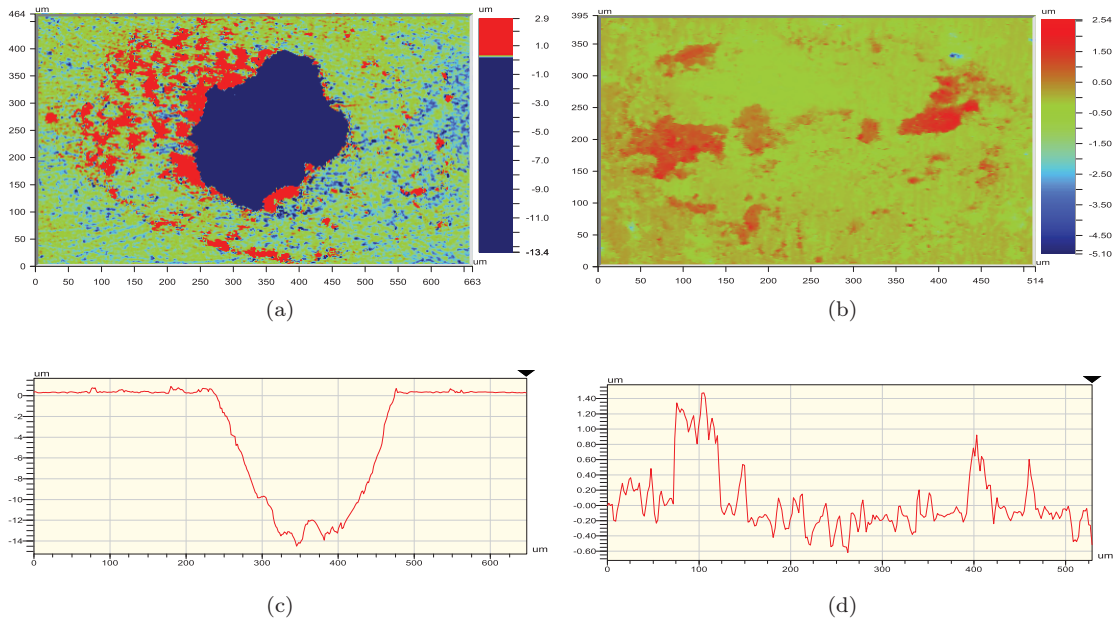


FIGURE 4.48: Relevés et profils topographiques de la trace d'usure sur le disque 4N7F (à gauche) associé à son frotteur A99 (à droite) après essai à charges progressives ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 10^4$ cycles).

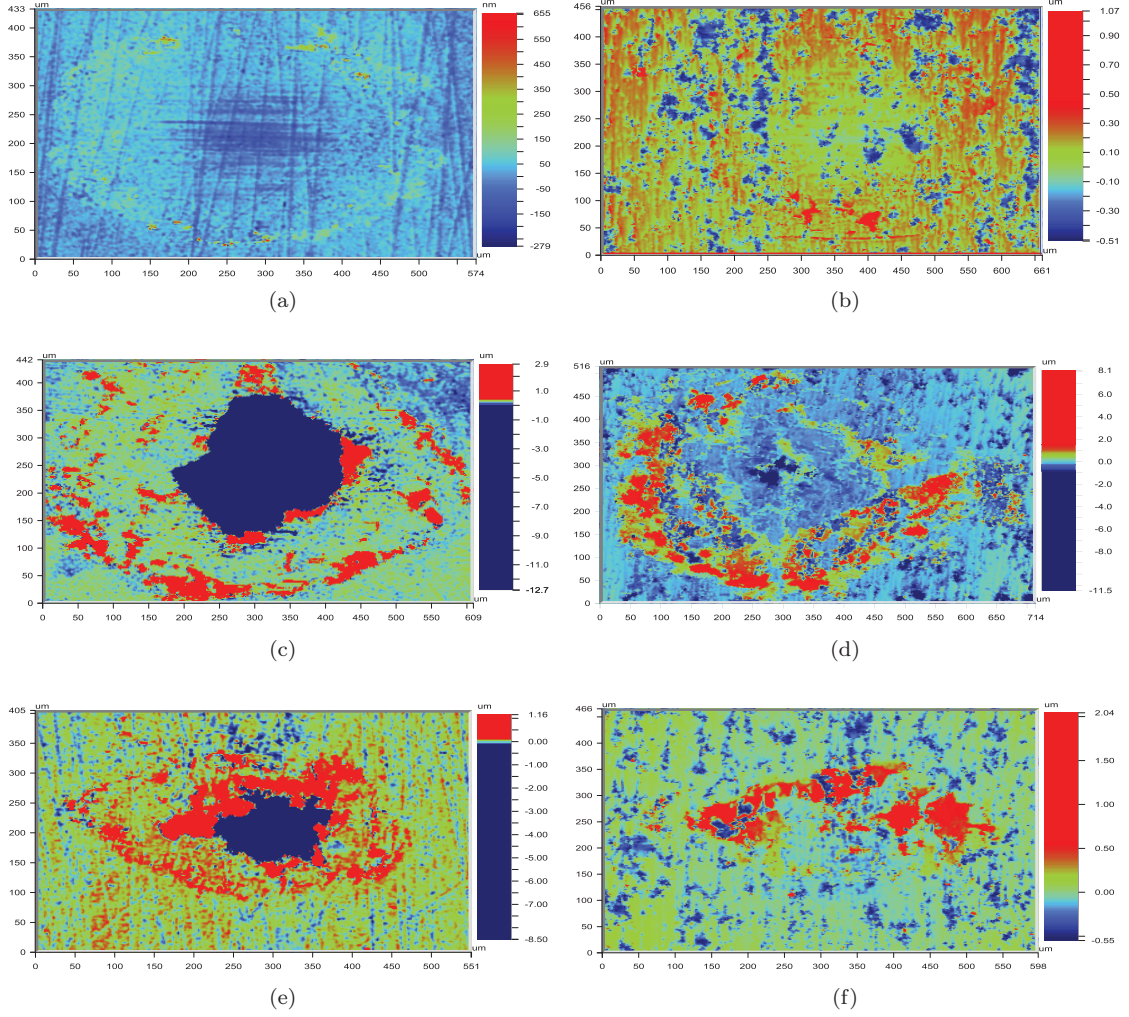


FIGURE 4.49: Relevés topographiques des traces d'usure sur le disque 4N7F (à gauche) et son frotteur A99 (à droite) après essais à chargement constant (a) 12 N, (b) 18 N, (c) 27 N ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Les valeurs des taux d'usure K et ε à charges progressives sont très différentes pour le 3N5F et le 4N7F (tableau 4.35). Les taux d'usure pour le 3N5F sont obtenus pour des conditions de glissement, avec une séparation à l'interface au moment de l'ouverture du contact. Ces taux d'usure sont inférieurs à ceux des alumines mais supérieurs à ceux des nanocomposites alumine-FeCr. En revanche, les taux d'usure pour le 4N7F sont obtenus dans des conditions de grippage, avec rupture de l'interface et arrachement de matière à l'ouverture du contact. Les taux calculés sont donc très élevés et ne sont pas comparables avec le 3N5F.

Les taux d'usure K et ε à charge constante pour le 4N7F doivent être également séparés en deux catégories (tableau 4.36). A 12 N (faible charge), les taux d'usure sont cette fois similaires à ceux du 3N5F à charge progressive, car les conditions de sollicitation sont clairement en glissement. À partir de 18 N (fortes charges), les taux d'usure deviennent très élevés pour les mêmes raisons que précédemment avec le 3N5F.

Les évolutions des paramètres V_c/D_0 et V_c/E_{dt} en fonction de P (fig. 4.50) et V_c et V_c/D_0 en fonction de E_{dt} (fig. 4.51) sont très dispersées et difficilement exploitables.

TABLE 4.35: Volumes d'usure sur le disque 3N5F et 4N7F, le frotteur A99 et du couple, taux d'usure K et coefficient énergétique d'usure ε en chargement progressif.

Échantillon	V_d (μm^3) ^(a)	V_p (μm^3) ^(a)	V_c (μm^3) ^(a)	V_c/D_0 ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	K ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	ε ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$) ^(a)
3N5F	6,57	2,81	9,38	0,89	0,08	0,15
4N7F	122,76	85,88	208,64	21,59	2,00	4,06

^(a) : Multiplié par 10^3 .

TABLE 4.36: Volumes d'usure sur le disque 4N7F, le frotteur A99 et du couple A99/4N7F, taux d'usure K et coefficient énergétique d'usure ε à différentes charges constantes.

Charge appliquée P (N)	V_d (μm^3) ^(a)	V_p (μm^3) ^(a)	V_c (μm^3) ^(a)	V_c/D_0 ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	K ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$) ^(a)	ε ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$) ^(a)
12	-3,98	45,26	41,28	3,99	0,33	0,74
18	216,43	166,04	382,47	120,27	6,68	8,29
24	65,87	41,00	106,87	39,70	1,65	2,36
27	19,06	7,81	26,87	39,52	1,46	2,42
30	54,50	30,91	85,41	194,12	6,47	10,81

^(a) : Multiplié par 10^3 .

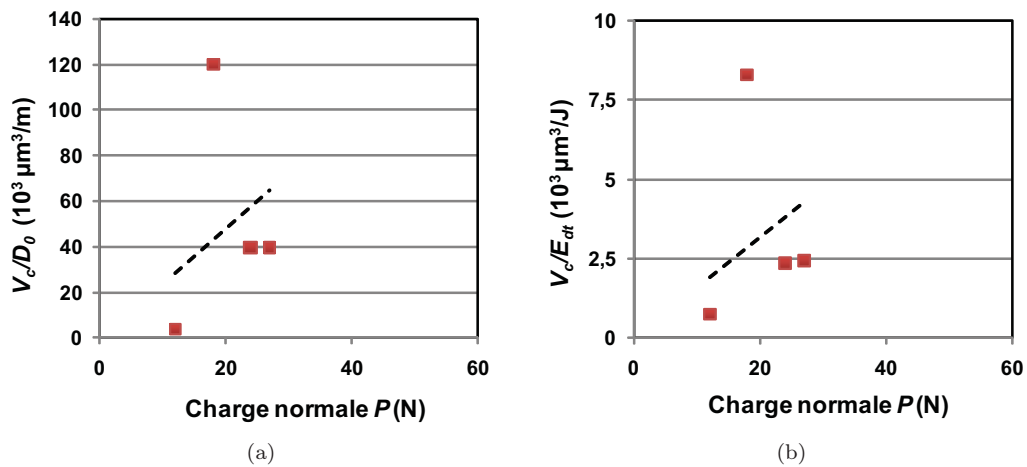


FIGURE 4.50: Évolution de V_c/D_0 (P) dont la pente donne le taux d'usure K et évolution de ε (P) pour le nanocomposite 4N7F à charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

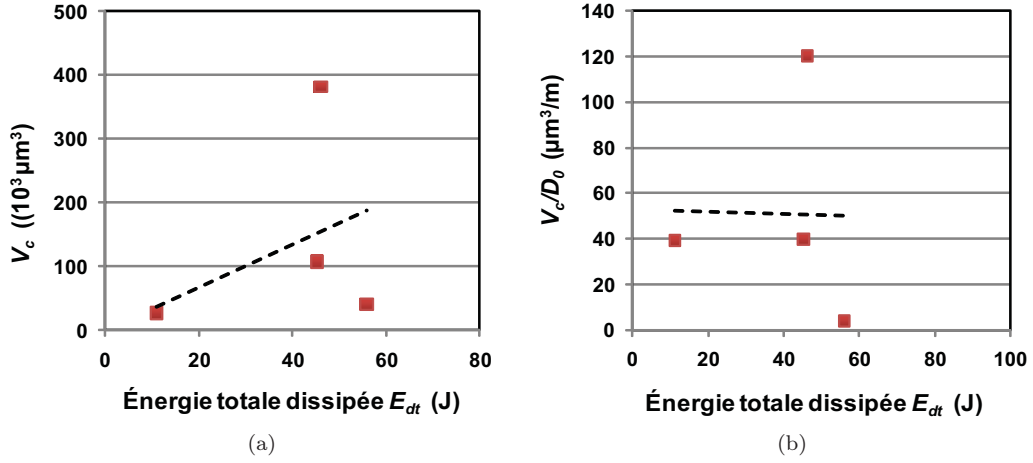


FIGURE 4.51: Évolution de $V_c(E_{dt})$ et $V_c/D_0(E_{dt})$ pour le nanocomposite 4N7F à charges constantes ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

c) Mécanismes de dégradation

Les observations des surfaces frottantes ont établi l'existence d'un film (soit mince, soit épais) de débris compactés dans le contact et d'une couronne de débris éjectés plus pulvérulents à la périphérie du contact. Par ailleurs, les mesures profilométriques ont montré la provenance de ces débris. Les mécanismes d'usure des matériaux étudiés peuvent ainsi se décrire en deux phases successives en accord avec les débits de matière intervenant dans les approches « troisième corps » et « circuit tribologique ». La première phase correspond à la formation des débris et fait intervenir des débits sources de débris alors que la deuxième phase décrit la formation et l'évolution du troisième corps avec le rôle du débit interne et du débit d'usure [Ural 09]. Le scénario d'usure des alumines (A99, A99S2) et des composites FeCr (7FC1 et 7FC2, 10FC1 et 10FC2, 20FC2) en glissement contre le frotteur d'alumine A99 est illustré à la figure 4.52. Lors du contact initial, le débit source du frotteur en alumine est plus important que celui des échantillons. Le troisième corps forme une fine couche de débris qui adhère sur le disque, et la zone de glissement se concentre à l'interface troisième corps/frotteur. Ce type d'accommodation limite la dégradation du disque et l'éjection des débris est faible.

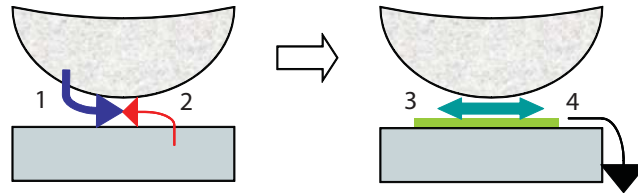


FIGURE 4.52: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des alumines (A99, A99S2) et de composites FeCr (7FC1 et 2, 10FC1 et 2, 20FC2) face à un frotteur en alumine A99 : (a) phase de formation des débris avec débits source du frotteur (1) et de l'échantillon (2), et (b) régime permanent avec débit interne de 3^e corps (3) et débit d'usure (4).

Le scénario d'usure pour des composites avec nanotubes de carbone (3N5F et 4N7F) est inversé au-delà de la transition de charge (fig. 4.53) : cette fois, le débit source de l'échantillon est beaucoup plus important que celui du frotteur. La présence des NTC aux joints des grains semble alors fortement altérer la tenue superficielle du composite et serait à l'origine de cet enlèvement de matière brusquement plus important. Le troisième corps obtenu est nettement plus épais que précédemment et adhère aussi bien sur l'échantillon que sur le frotteur. La couche de troisième corps est fortement sollicitée et une importante quantité de débris est éjectée hors du contact engendrant un débit d'usure élevé comparativement aux autres échantillons.

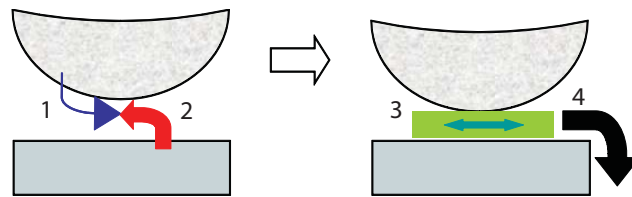


FIGURE 4.53: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des composites avec nanotubes de carbone (3N5F et 4N7F) face à un frotteur en alumine A99 (même symbolisme que la figure précédente).

d) Synthèse des résultats

L'analyse des traces d'usure sur les nanocomposites alumine-Fe-NTC ont montré que :

- L'essentiel de la matière enlevée provenait des échantillons nanocomposites 3N5F et 4N7F alors que les frotteurs sont peu affectés.
- La présence des nanotubes de carbone a fortement augmenté le taux d'usure K et ε comparativement aux aluminés et nanocomposites en aluminés avec FeCr au-delà de la transition de charge (tableau 4.37).

TABLE 4.37: Synthèse des paramètres d'usure calculés dans différentes conditions de chargement ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

Échantillon	Mode de chargement	K ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)	ε ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$)
3N5F	progressif	$0,08 \pm 0,01$	$0,15 \pm 0,03$
4N7F	progressif	$2,00 \pm 0,34$	$4,06 \pm 0,73$
4N7F	constant	$2,39 \pm 1,18$	$3,38 \pm 1,84$

Deux scénarios d'usure en termes de débits d'accommodation ont été proposés. Alors que les nanoparticules FeCr ne modifient pas fondamentalement le comportement tribologique par rapport à une alumine pure, la présence de NTC aux joints de grains entraîne une élévation importante du coefficient de frottement et de l'usure au-delà d'une transition de charge. Le rôle lubrifiant attendu initialement avec les NTC est occulté par l'affaiblissement des joints de grains. Ce phénomène a été corrélé à un

changement de sites d'accommodation dans le contact : situé à l'interface troisième corps/frotteur sans NTC, il migre à l'intérieur du troisième corps en présence de NTC.

4.1.7. ÉMISSION ACOUSTIQUE LORS DU FRETTING

Les capteurs de déplacement et d'effort permettent d'informer l'expérimentateur sur des changements de comportement tribologique lors d'un essai. La décroissance du débattement du pion sur le disque renseigne sur la progression du système vers le grippage. L'évolution des efforts donne une indication sur l'énergie dissipée dans le contact. Cependant, l'analyse du contact s'effectue après l'expérience, ce qui rend particulièrement difficile la compréhension des mécanismes de dégradation des surfaces. Comme il est impossible de visualiser en temps réel le contact entre les matériaux, une solution intéressante est "d'écouter" le signal acoustique généré par le système frottant.

a) Introduction à l'étude des phénomènes acoustiques

D'après la Norme Française [NF1 00] : L'émission acoustique se définit comme étant "un phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultant de microdéplacements locaux internes à un matériau".

Les signaux acoustiques mesurés comportent différents paramètres caractéristiques à prendre en compte lors de l'analyse de l'expérience. Le nombre d'événements acoustiques renseigne sur l'augmentation ou la diminution de l'activité mécanique dans le contact. L'amplitude de ces événements permet d'évaluer l'énergie mécanique générée, énergie dite absolue, représentant la totalité de l'énergie dégagée par un événement. La fréquence de pic de ces impulsions, représentant la fréquence maximale de la transformée de Fourier discrète, complète la mesure par l'identification des différents phénomènes à l'origine de l'activité acoustique. Finalement, les paramètres de glissement du frotteur sont enregistrés lors de l'acquisition de ces événements pour tenter de les corréler avec la position du contact.

L'une des principales caractéristiques lors de l'analyse acoustique est l'amplitude du signal mesuré. L'amplitude dépend des propriétés intrinsèques des matériaux, du chargement, des conditions de frottement, de la rugosité des surfaces, de la température ... (tableau 4.38).

TABLE 4.38: Facteurs influençant l'amplitude des signaux acoustiques dans les matériaux [Baranov 07]

Facteurs accentuant l'amplitude	Facteurs atténuant l'amplitude
Rugosité importante	Relief plat
Grande dureté	Faible dureté
Faible ténacité	Grande ténacité
Anisotropie de surface	Isotropie de surface
Grosse taille de grains	Faible taille de grains
Défauts en surface	Absence de défauts de surface
Faible température	Haute température
Vitesse de glissement élevée	Vitesse de glissement faible
Charge élevée	Faible charge
Conditions de frottement non-stationnaires	Conditions de frottement stationnaires
Usure abrasive	Usure adhésive
Rupture fragile	Rupture ductile
Frottement sec	Frottement lubrifié

Ainsi, la distribution du nombre d'évènements acoustiques en fonction de l'amplitude permet de distinguer différents mécanismes de dégradation intervenant au cours d'un essai. Un exemple illustratif, bien qu'éloigné de l'expérience de fretting traitée ici, est celui de l'étude d'un composite formé d'une matrice époxyde et de fibres de verre soumis à des efforts de traction [Benmedakhene 99]. Dans cette étude, il a été démontré que les étapes distinctes et progressives de l'endommagement de la matrice, de la décohésion fibre/matrice et finalement de la rupture des fibres pouvaient clairement être acoustiquement identifiées. Ces étapes représentent alors plusieurs populations d'amplitude croissante avec un maximum obtenu lors de la rupture des fibres.

Dans le domaine du fretting, l'amorçage et la propagation de fissures libèrent de l'énergie mécanique dans le mode II de cisaillement [Meriaux 10]. L'apparition de fissures s'accompagne d'une augmentation de l'activité acoustique et d'un accroissement de l'énergie acoustique détectée.

b) Instrumentation du dispositif

L'équipement d'émission acoustique est développé et commercialisé par l'entreprise Euro Physical Acoustique (EPA). Un capteur piézoélectrique a été placé au plus près du contact frottant sur la nacelle du dispositif tribologique grâce à une pâte adhésive silicone (fig. 4.54). Cette pâte permet d'optimiser la transmission des ondes mécaniques entre la surface du dispositif et le capteur. L'évaluation du couplage par génération de sources acoustiques de type Hsu-Nielsen (selon la norme [AST 84]) indique la qualité de transmission du signal entre le contact pion-disque et le capteur (voir annexe B).

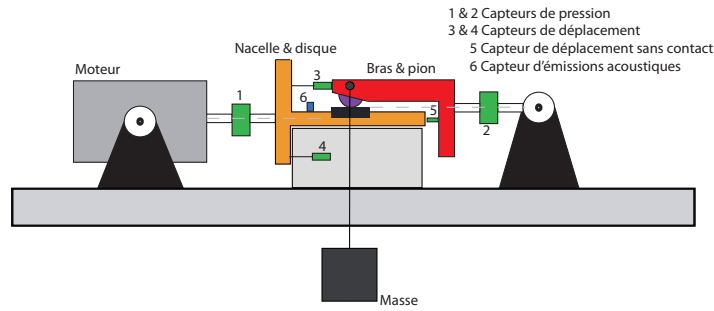


FIGURE 4.54: Schémas d'installation des capteurs sur le dispositif de fretting.

Le capteur utilisé est de type large bande, particulièrement réactif entre 90 kHz et 1 MHz et possédant une fréquence de pic maximale à 324 kHz. Le seuil de détection a été fixé à 30 dB pour la majorité des essais. Cette valeur correspond aux bruits extérieurs au phénomène observé comme le fonctionnement du moteur. Au-delà de ce seuil, les événements acoustiques mesurés ne sont que le résultat des actions mécaniques du contact.

Deux principaux essais ont été réalisés dans le but d'exprimer des relations entre les phénomènes tribologiques et les signatures acoustiques obtenues. Dans un premier temps, l'échantillon d'alumine A99S2 a été soumis à un essai en chargement normal progressif. La même procédure a été adaptée pour l'échantillon nanocomposite 4N7F avec nanotubes de carbone pour observer des différences de comportement acoustique de ces deux nuances de matériau. Aucun échantillon d'alumine avec particules fer-chrome n'a été étudié ici du fait des précédentes observations indiquant des comportements tribologiques similaires.

c) Analyse des signaux acoustiques pour l'alumine A99S2

L'échantillon d'alumine A99S2 frottant contre un pion d'alumine A99 subit un effort normal progressif de 6 à 48 N avec un pas de temps de 5 min et un pas de poids de 2 N ; l'arrêt de l'acquisition se fait au grippage. L'effort tangentiel en sortie du contact est généré par un effort d'entraînement entrant stable oscillant entre -19 et 19 N avec une chute de 3 N en fin d'essai.

L'évolution du coefficient de frottement est linéaire (fig. 4.55) : il débute à 0,39 puis décroît avec une pente de $-6,93 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Ceci fait écho à l'évolution linéaire du débattement en fonction du temps pour ce matériau.

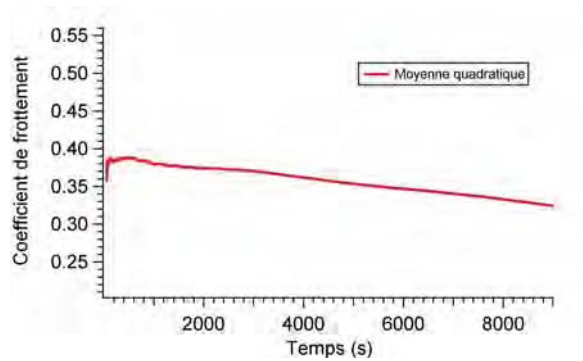


FIGURE 4.55: Évolution du coefficient de frottement pour l'échantillon A99S2 (essai à charges progressives).

Au niveau acoustique, les phénomènes tribologiques pour l'A99S2 se traduisent par la présence d'une population d'évènements autour d'une amplitude d'environ 32 dB (fig. 4.56a). L'évolution temporelle du débattement paramétrée en amplitude montre que cette population d'évènements est répartie de manière homogène au cours du déplacement (fig. 4.56b).

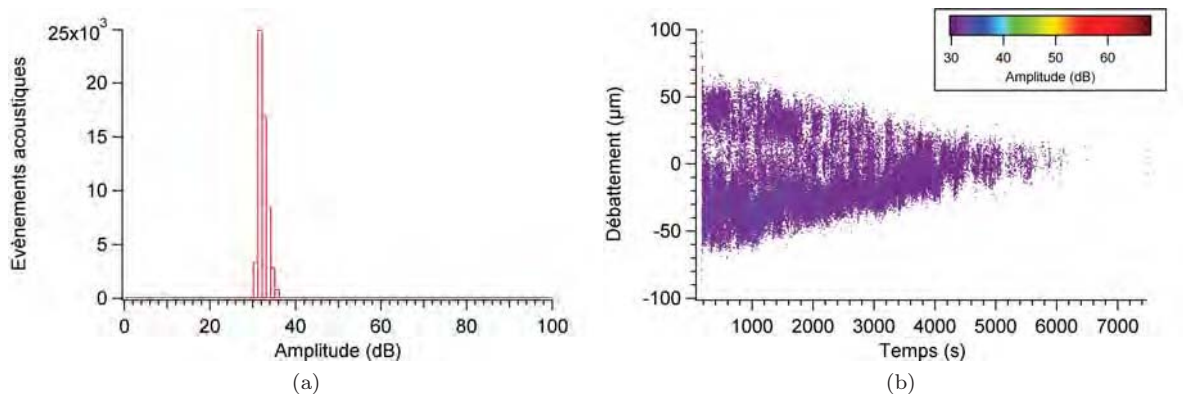


FIGURE 4.56: Caractérisation du signal acoustique pour l'échantillon A99S2 : (a) activité en fonction de l'amplitude acoustique, (b) débattement mécanique et amplitude acoustique en fonction du temps.

L'approche du grippage et la réduction du débattement qui en résulte sont transcrites par la diminution puis la disparition du signal acoustique.

d) Analyse des signaux acoustiques pour le composite d'alumine 4N7F

La même analyse est effectuée pour l'échantillon d'alumine avec nanotubes de carbone. La charge appliquée varie cette fois-ci de 6 à 22 N. L'effort entrant oscille entre -20 et 20 N avec une chute de 2 N en fin d'essai. Pour le nanocomposite 4N7F le grippage est constaté au bout de 3800 s contre plus de 6500 s pour le précédent échantillon.

A la différence de l'échantillon A99S2, l'évolution du coefficient de frottement n'est pas linéaire et connaît une évolution en deux parties distinctes (fig. 4.57) : le coefficient se stabilise rapidement autour de 0,35 jusqu'à 2100 s, puis décroît jusqu'à atteindre

0,5 à la fin de l'essai. Comme constaté précédemment, ceci est aussi retranscrit dans l'évolution du débattement avec une chute brutale de celui-ci à 2100 s.

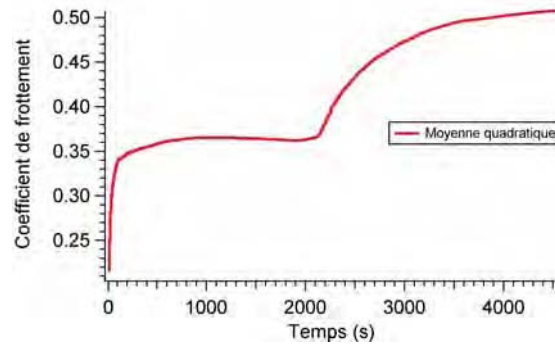


FIGURE 4.57: Évolution du coefficient de frottement pour l'échantillon 4N7F (essai à charges progressives).

Les relevés d'émissions acoustiques révèlent deux populations énergétiques distinctes (fig. 4.58). La première est équivalente à celle observée avec l'alumine A99S2 ; elle est distribuée autour de 32 dB. La seconde, la plus importante en termes d'évènements est centrée sur une amplitude de 40 dB.

En parallèle, avant le temps critique de 2100 s, l'évolution temporelle du débattement nuancée en amplitude indique que la population la plus énergétique est essentiellement concentrée aux extrémités du débattement. La population de moindre énergie semble être émise à mi-parcours du déplacement aller ou retour du frotteur. Au moment de la transition de comportement décrite plus haut, des évènements d'amplitude allant jusqu'à 69 dB surviennent. Ensuite, les deux populations énergétiques n'apparaissent qu'aux extrémités du débattement brusquement réduit après cette transition.

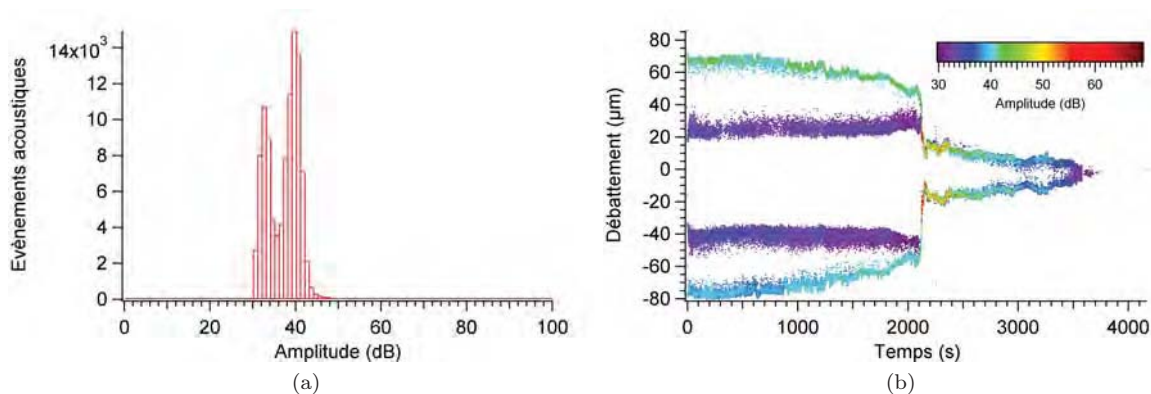


FIGURE 4.58: Caractérisation du signal acoustique pour l'échantillon 4N7F : (a) activité en fonction de l'amplitude acoustique, (b) débattement mécanique et amplitude acoustique en fonction du temps.

e) Relation entre le système tribologique et la réponse acoustique

La signature acoustique de l'alumine A99S2 soumise à un essai de fretting est illustrée par une population d'évènements mécaniques centrés sur une amplitude de 32 dB. Ainsi,

cette population est retrouvée dans la signature acoustique décrite par un échantillon du nanocomposite 4N7F. Une conclusion directe de ces résultats serait par conséquent d'assigner la population de moindre intensité au matériau matriciel d'alumine et la population d'énergie plus élevée (40 dB) à un effet mécanique uniquement liée à la présence des nanotubes de carbone.

En réalité, il a été constaté que l'apparition de ces deux populations est intimement liée à la réponse du système tribologique automatisée (fig. 4.59).

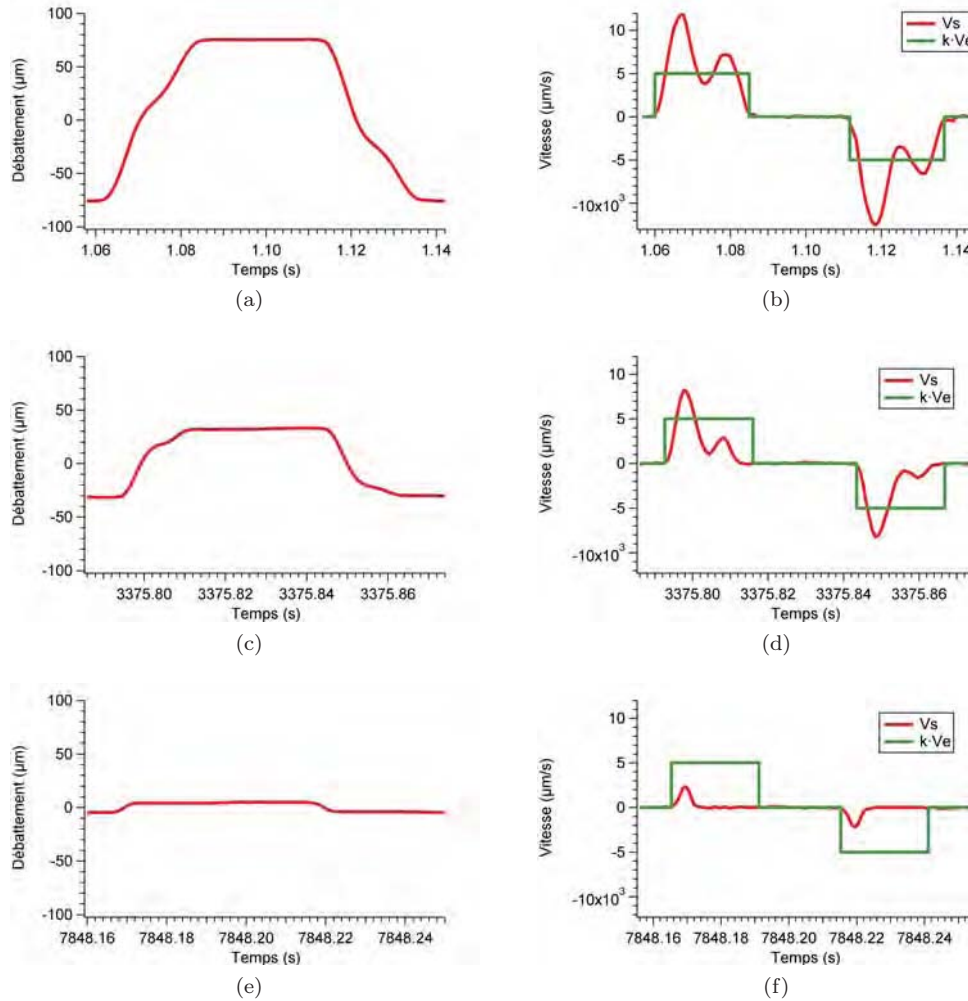


FIGURE 4.59: Caractéristiques de la réponse réelle du dispositif de fretting : (a) et (b) avant le contact, (c) et (d) mesure intermédiaire, (e) et (f) près du grippage.

Le débattement du frotteur est fixé avant la mise au contact à une valeur de $150\ \mu\text{m}$ avec une fréquence de débattement de $10\ \text{Hz}$, ce qui correspond à une période de déplacement aller-retour de $100\ \text{ms}$ et à une consigne de vitesse v_e de $3\ \text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$. En réponse à cette consigne, le système génère une vitesse v_s avec atténuation progressive dont le signal est de forme sinusoïdale à enveloppe exponentielle. Ce signal est caractérisé par un dépassement de $7\ \text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$, une pseudo-période de $12\ \text{ms}$, un temps de pic de $6\ \text{ms}$ et un temps de réponse de $20\ \text{ms}$ (voir annexe C). Ce temps de réponse correspond

au temps nécessaire pour une stabilisation du signal autour de $\pm 5\%$ de la valeur de consigne. Il est ainsi inférieur à la demi-durée d'un débattement qui est de 25 ms, ce qui indique une réactivité suffisante du système envers la consigne. Il est à noter que le signal d'entrée v_e est perçu par le système avec un gain k_s d'environ 1,7 d'où un signal v_s oscillant à l'état initial autour d'une valeur de consigne $k_s \cdot v_e$ de $5 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$.

Lors de l'essai de fretting, le système étant en boucle ouverte, la consigne n'est pas corrigée. Le débattement décroissant nettement au cours d'un essai, il en va alors de même pour l'aire A_v sous la courbe de vitesse v_s . Cette diminution de A_v se traduit par la décroissance des valeurs de dépassement d et du temps de réponse t_p . A l'approche du grippage, le système est de plus en plus amorti et la réponse se stabilise plus rapidement.

La réponse v_s suit donc un profil sinusoïdal amorti et possède pour une première grande partie d'un essai de fretting deux pics ou sursauts de vitesse. Ces pics de vitesse sont à l'origine des deux populations énergétiques obtenues en émission acoustique avec l'échantillon 4N7F.

Les deux matériaux subissent le même type de réponse de vitesse, cependant le nanocomposite 4N7F a une réponse différente aux variations de vitesse et possède une signature acoustique plus énergétique que l'alumine pure lors de ces variations.

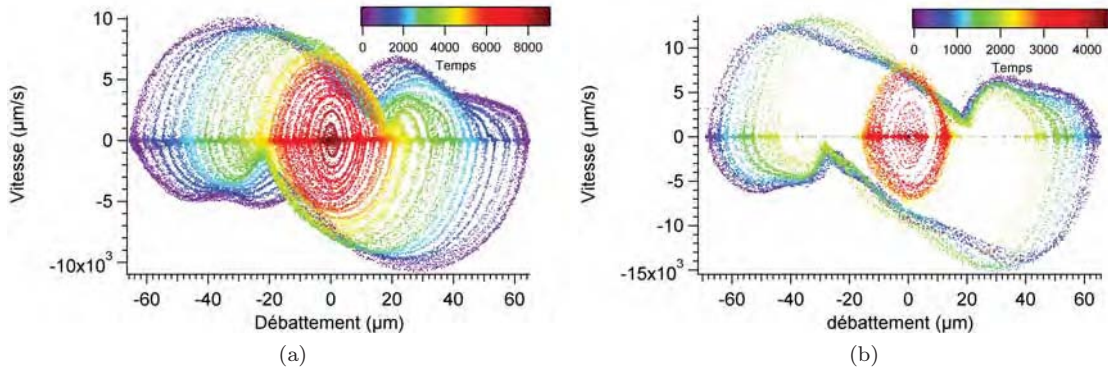


FIGURE 4.60: Diagrammes de vitesse : (a) alumine A99S2 et (b) nanocomposite 4N7F.

Dans un diagramme vitesse en fonction du débattement, on constate que la plus grande variation de vitesse (accélération ou décélération) intervient aux extrémités du débattement et correspond au premier pic de la réponse v_s (fig. 4.60). Une deuxième grande variation intervient environ au trois quarts du déplacement aller ou retour du frotteur. L'alumine A99S2 a une réponse quasi homogène lors de tous les changements de vitesse (fig. 4.56) alors que le nanocomposite 4N7F réagit activement en termes d'émission acoustique aux extrémités et aux trois quarts du déplacement aller ou retour du frotteur. En fin d'essai, le profil de vitesse ne contient qu'un seul pic en réponse à la consigne et v_s varie seulement aux extrémités du débattement. En conséquence, l'alumine A99S2 donne toujours lieu à une seule population énergétique répartie sur la totalité du mouvement décrit par le frotteur sur l'échantillon et concentre son activité

acoustique uniquement sur les extrémités du déplacement. Tandis que l'échantillon 4N7F présente une seconde population énergétique active sur un déplacement intermédiaire du frotteur.

4.1.8. CONCLUSIONS

Dix matériaux à base d'alumine ont été étudiés en fretting à débattements libres : trois alumines (deux alumines obtenues par frittage naturel et frittage SPS à partir d'une poudre industrielle et une alumine pure frittée SPS), cinq composites Al_2O_3 -FeCr à différentes teneurs en nanoparticules métalliques (7%, 10% et 20% en FeCr) et différentes conditions de frittage SPS et deux composites NTC-Fe- Al_2O_3 à différentes teneurs en nanotubes de carbone (3% et 4% de NTC). Deux modes de chargement ont été mis en œuvre : par chargement progressif par paliers jusqu'au grippage et par chargement constant, pour un débattement initial de 75 μm et une fréquence constante de 10 Hz. Une modélisation paramétrique a permis de décrire le comportement de l'ensemble des essais à partir de quatre paramètres : un taux de glissement, un coefficient de frottement, un seuil de grippage et une énergie dissipée maximale. L'ensemble des résultats est repris dans le tableau 4.39.

Le mode d'élaboration et la pureté des alumines modifient peu leurs comportements au glissement. Sollicitée en chargement progressif, l'alumine SPS (A99S2) présente à la fois l'un des plus forts coefficients de frottement ($\mu = 0,45$) et le seuil de grippage le plus élevé ($G = 41,8$ N) par rapport à l'alumine frittée naturelle (A99) et l'alumine pure SPS (A100S) avec des coefficients de frottement très proches (respectivement $\mu = 0,44$ et $\mu = 0,46$) et des seuils de grippage inférieurs (respectivement $G = 39,2$ N et $G = 39,0$ N).

Toujours en chargement progressif, l'introduction de particules métalliques de FeCr ne conduit qu'à de légères modifications de comportement au glissement. Ainsi, la teneur intermédiaire de 10% de FeCr (10FC1) conduit au plus bas coefficient de frottement ($\mu = 0,42$) et au plus haut seuil de grippage ($G = 41,1$ N).

En revanche, l'introduction de nanotubes de carbone dans une matrice alumine comportant des particules de fer (3N5F et 4N7F) se distingue par l'apparition d'une transition de charge vers 18 N séparant un comportement à faible charge semblable aux autres composites suivie d'une augmentation brutale du coefficient de frottement ($\mu > 0,7$) et d'un grippage prématuré ($G < 28$ N).

Le mode de chargement, ainsi que l'état de surface, a une influence plus marquée sur les comportements au glissement de l'ensemble des matériaux étudiés. Sollicités en chargement constant, les coefficients de frottement sont systématiquement réduits et les seuils de grippage augmentés, impliquant ainsi de meilleures performances. En

revanche, une rugosité élevée des échantillons (et du frotteur) réduit fortement leurs performances tribologiques.

TABLE 4.39: Synthèse des paramètres de frottement obtenus sur l'ensemble des essais de fretting ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

Échantillon	mode de chargement	α_0 ($\mu\text{m}\cdot\text{N}^{-1}\cdot\text{cycle}^{-1}$)	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ ($\text{mJ}\cdot\text{cycle}^{-1}$)
A99	Progressif	$-7,7 \pm 0,4$	$0,44 \pm 0,01$	$39,2 \pm 0,8$	$1,29 \pm 0,17$
A99S2	Progressif	$-7,2 \pm 0,3$	$0,45 \pm 0,01$	$41,8 \pm 0,7$	$1,42 \pm 0,16$
A99S2	Constant	$-6,1 \pm 0,2$	$0,40 \pm 0,03$	$49,5 \pm 0,8$	$1,49 \pm 0,23$
A99S2	Progressif continu	$-6,8 \pm 0,2$	$0,43 \pm 0,02$	$44,3 \pm 0,6$	$1,43 \pm 0,17$
A100S	Progressif	$-7,7 \pm 0,5$	$0,46 \pm 0,02$	$39,0 \pm 0,9$	$1,34 \pm 0,20$
A99b	Progressif	$-9,5 \pm 1,2$	$0,67 \pm 0,02$	$31,4 \pm 1,2$	$1,58 \pm 0,31$
7FC1	Progressif	$-7,9 \pm 0,3$	$0,46 \pm 0,01$	$38,0 \pm 0,7$	$1,31 \pm 0,15$
10FC1	Progressif	$-7,3 \pm 0,4$	$0,42 \pm 0,02$	$41,1 \pm 0,8$	$1,42 \pm 0,22$
7FC2	Progressif	$-7,7 \pm 0,2$	$0,44 \pm 0,01$	$39,0 \pm 0,6$	$1,29 \pm 0,13$
7FC2	Constant	$-6,0 \pm 0,4$	$0,39 \pm 0,04$	$50,0 \pm 1,2$	$1,39 \pm 0,31$
10FC2	Progressif	$-8,1 \pm 0,4$	$0,46 \pm 0,01$	$37,0 \pm 0,7$	$1,17 \pm 0,16$
20FC2	Progressif	$-7,8 \pm 0,3$	$0,43 \pm 0,02$	$38,5 \pm 0,7$	$1,24 \pm 0,17$
3N5F (faible P)	Progressif	$-7,1 \pm 0,8$	$0,47 \pm 0,03$	$42,3 \pm 1,5$	$1,48 \pm 0,33$
4N7F (faible P)	Progressif	$-7,2 \pm 0,3$	$0,45 \pm 0,03$	$42,3 \pm 0,6$	$1,41 \pm 0,21$
4N7F (faible P)	Progressif continu	$-5,0 \pm 1,2$	$0,50 \pm 0,03$	$60,0 \pm 4,0$	$2,24 \pm 0,78$
4N7F (faible P)	Constant	$-7,7 \pm 0,3$	$0,45 \pm 0,02$	$38,8 \pm 0,3$	$1,31 \pm 0,18$
3N5F (forte P)	Progressif	$-11,5 \pm 0,5$	$0,66 \pm 0,06$	$26,1 \pm 0,5$	$1,29 \pm 0,24$
4N7F (forte P)	Progressif	$-13,5 \pm 0,8$	$0,75 \pm 0,06$	$22,2 \pm 0,5$	$1,25 \pm 0,24$
4N7F (forte P)	Progressif continu	$-12,0 \pm 0,7$	$0,79 \pm 0,07$	$25,0 \pm 0,5$	$1,49 \pm 0,29$
4N7F (forte P)	Constant	$-11,0 \pm 1,5$	$0,68 \pm 0,11$	$27,3 \pm 1,1$	$1,39 \pm 0,49$

Les comportements à l'usure ont été caractérisés par deux taux d'usure : un taux K (approche d'Archard) et un taux ε (approche énergétique). Ces deux taux semblent relativement équivalents bien que le taux d'usure K présente souvent une meilleure corrélation. Le tableau 4.40 rassemble l'ensemble des valeurs obtenues pour ces taux d'usure. Les incertitudes associées à ces taux sont assez élevées compte tenu des faibles volumes d'usure mesurés si bien que ces résultats globaux sont difficilement exploitables. En revanche, les mesures montrent clairement que l'essentiel de la matière enlevée provient du frotteur en alumine (A99) sauf dans le cas des composites avec NTC (3N5F et 4N7F).

Les faciès d'endommagement des aluminés et des composites avec particules FeCr révèlent la formation d'une fine couche de débris à la surface de contact des échantillons alors que la surface des frotteurs montre des dégradations sous forme de microabrasion.

Le mécanisme d'accommodation dans le contact s'effectue préférentiellement entre la couche de débris formant le 3^e corps adhérent aux composites et le frotteur où se situe le siège prépondérant du débit source du contact. La présence de nanotubes de carbone aux joints des grains semble fortement altérer la tenue superficielle des composites au-delà de la transition de charge. Le débit source de l'échantillon est alors beaucoup plus important que celui du frotteur ce qui conduit à un troisième corps plus épais, mais aussi à un débit d'usure élevé.

TABLE 4.40: Synthèse des paramètres d'usure obtenus sur l'ensemble des essais de fretting ($\delta_i = 75 \mu\text{m}$, $\nu = 10 \text{ Hz}$).

Échantillon	Mode de chargement	K ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)	ε ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$)
A99S2	progressif	$0,21 \pm 0,04$	$0,46 \pm 0,08$
A99S2	constant	$0,41 \pm 0,14$	$0,65 \pm 0,34$
7FC2	progressif	$0,16 \pm 0,03$	$0,36 \pm 0,07$
7FC2	constant	$0,30 \pm 0,08$	$0,74 \pm 0,20$
10FC2	progressif	$0,03 \pm 0,01$	$0,06 \pm 0,01$
20FC2	progressif	$0,01 \pm 0,002$	$0,02 \pm 0,003$
3N5F	progressif	$0,08 \pm 0,01$	$0,15 \pm 0,03$
4N7F	progressif	$2,00 \pm 0,34$	$4,06 \pm 0,73$
4N7F	constant	$2,39 \pm 1,18$	$3,38 \pm 1,84$

Les enregistrements en émission acoustique menés sur une alumine A99S2 et un composite 4N7F en chargement progressif montrent une population d'évènements (centrée à 32 dB) répartie de façon homogène au cours du déplacement pour l'alumine A99S2 mais deux populations d'évènements (centrées à 32 dB et à 40 dB) bien distincts pour le composite 4N7F. Ces différentes réponses acoustiques ne sont pas directement liées aux différents éléments composant les matériaux étudiés ; elles dépendent fortement de la réponse dynamique du dispositif de fretting. Le dispositif étant piloté en boucle ouverte (débattements non imposés), sa réponse dynamique suit un comportement sinusoïdal amorti à chaque inversion de sens du glissement. Alors que l'alumine A99S2 est peu affectée par ces fortes variations de vitesse, le composite 4N7F réagit préférentiellement en termes d'énergie acoustique, à ces gradients de vitesse.

4.2. ESSAIS DE GLISSEMENT ALTERNATIF

Des essais complémentaires en glissement alternatif ont été menés afin de mieux distinguer les comportements tribologiques des alumines de référence et des nanocomposites. Ce mode de sollicitation implique un débattement imposé de grande amplitude ($\delta = 1$ mm, soit 2 mm par cycle, constante pendant toute la durée de l'essai) et une taille de contact plus faible (diamètre du frotteur en alumine $\phi = 3$ mm) comparé aux essais de fretting.

Les références et les compositions des échantillons utilisés pendant les essais de glissement alternatif sont présentées dans le tableau 4.41. Le nombre d'essais de reproductibilité est donné entre parenthèses en regard de la référence du matériau.

TABLE 4.41: Matériaux étudiés en glissement alternatif.

Matériaux	Essais
Al_2O_3	A97 (2), A99
Nanocomposites Al_2O_3 -FeCr	7FC1 (2), 10FC1 (2)
Nanocomposite Al_2O_3 -Fe-NTC	3N5F

4.2.1. COMPORTEMENT DES ALUMINES ET DES NANOCOMPOSITES

Al_2O_3 -FeCr

a) Évolution des coefficients de frottement

Les figures 4.61, 4.62, 4.63 et 4.64 montrent l'évolution du coefficient de frottement des quatre échantillons A97, A99, 7FC1 et 10FC1 en fonction du déplacement du frotteur lors du 1^{er}, 25^e, 50^e et 100^e cycle (trajet aller et retour) à une vitesse et une charge normale constante, respectivement de 20 mm/min et de 20 N.

- Dans le cas de l'échantillon A97, le coefficient de frottement augmente progressivement de 0,13 lors des premiers cycles jusqu'à un palier à 0,25 puis s'élève franchement à partir du 50^e cycle jusqu'à 0,63 au 100^e cycle (fig. 4.61). Lors de cette dernière phase, le coefficient de frottement n'est plus stable durant le cycle : il fluctue fortement autour de 0,6 (fig. 4.61d). Ce changement indique une transition de comportement en frottement.
- L'échantillon A99 montre un comportement similaire avec un coefficient de frottement qui évolue légèrement de 0,14 à 0,25 jusqu'au 75^e cycle, suivi d'une

forte augmentation du coefficient de frottement atteignant 0,49 au 100^e cycle (fig. 4.62). Globalement, le coefficient de frottement de l'échantillon A99 est légèrement plus bas que pour l'échantillon A97 et la transition en frottement est plus tardive, mais aussi plus soudaine que celle observée avec l'échantillon A97.

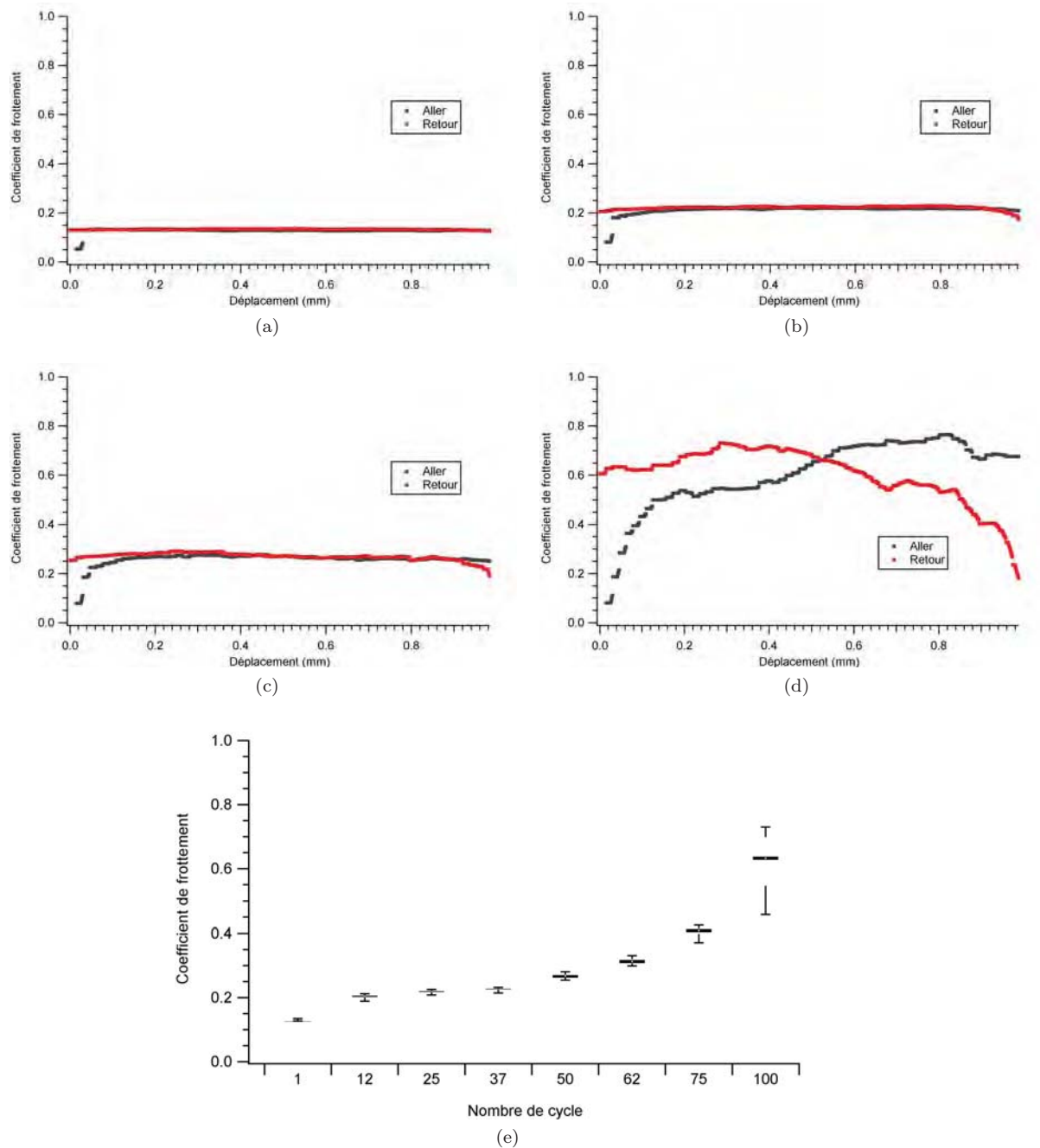


FIGURE 4.61: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon A97 pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

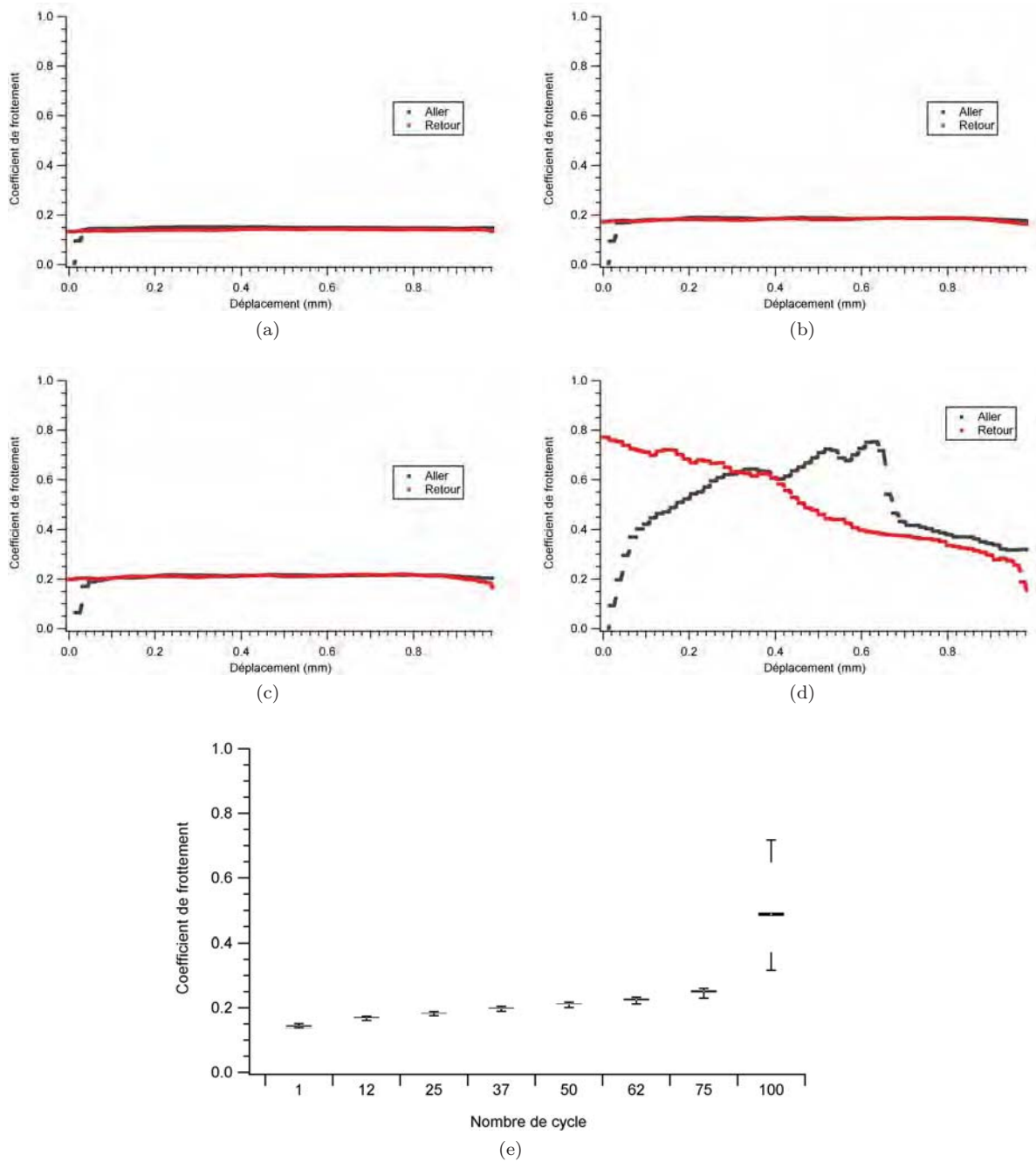


FIGURE 4.62: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon A99 pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 100$ cycles).

- Le coefficient de frottement de l'échantillon 7FC1 augmente de 0,13 à 0,24 jusqu'au 12^e cycle puis reste stable autour de 0,27 jusqu'au 100^e cycle sans atteindre le seuil de frottement (fig. 4.63).
- Dans le cas du 10FC1, le coefficient de frottement s'accroît progressivement de 0,13 à 0,19 jusqu'à la fin de l'essai (fig. 4.64).

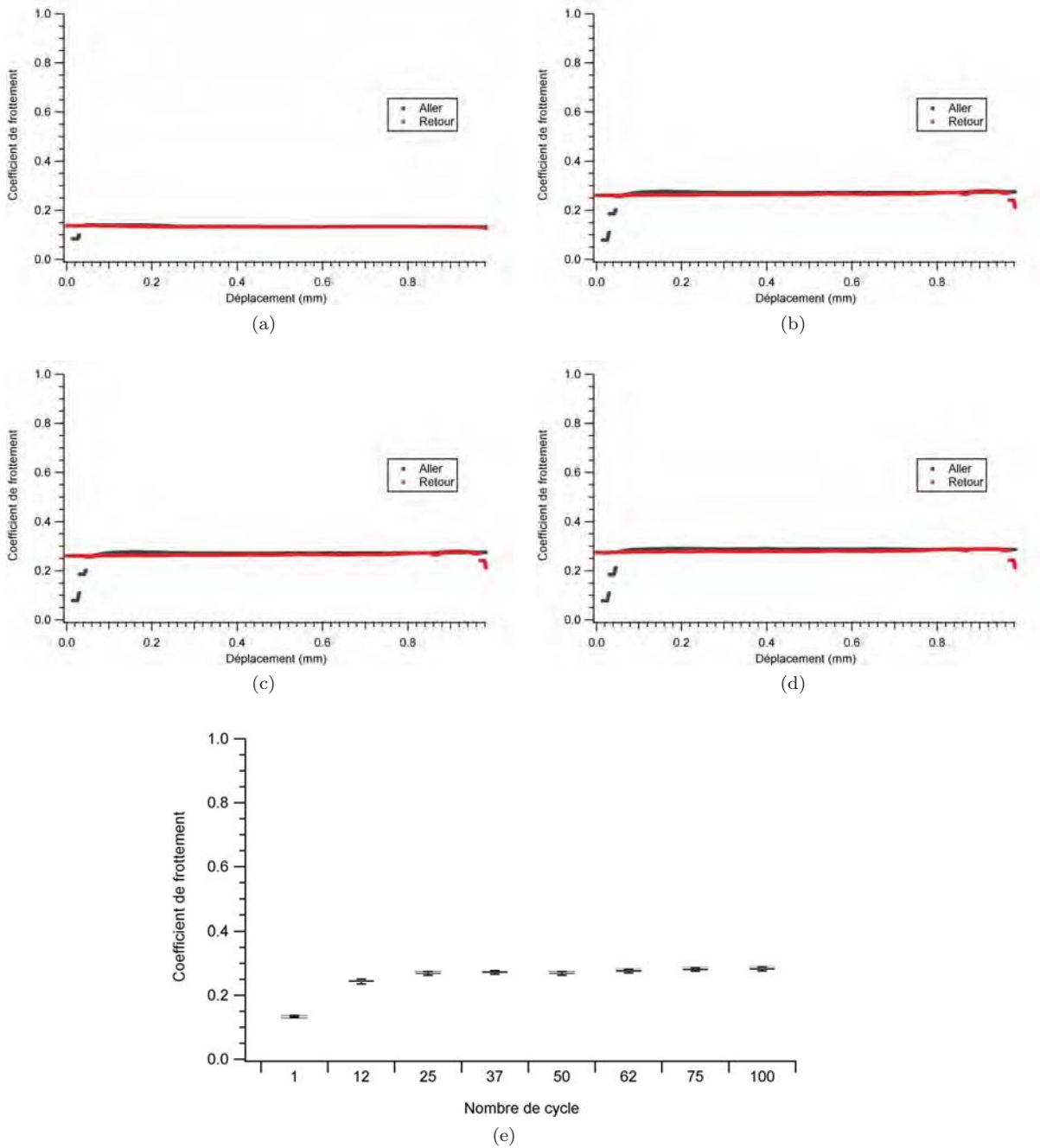


FIGURE 4.63: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon 7FC1 pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 225$ cycles).

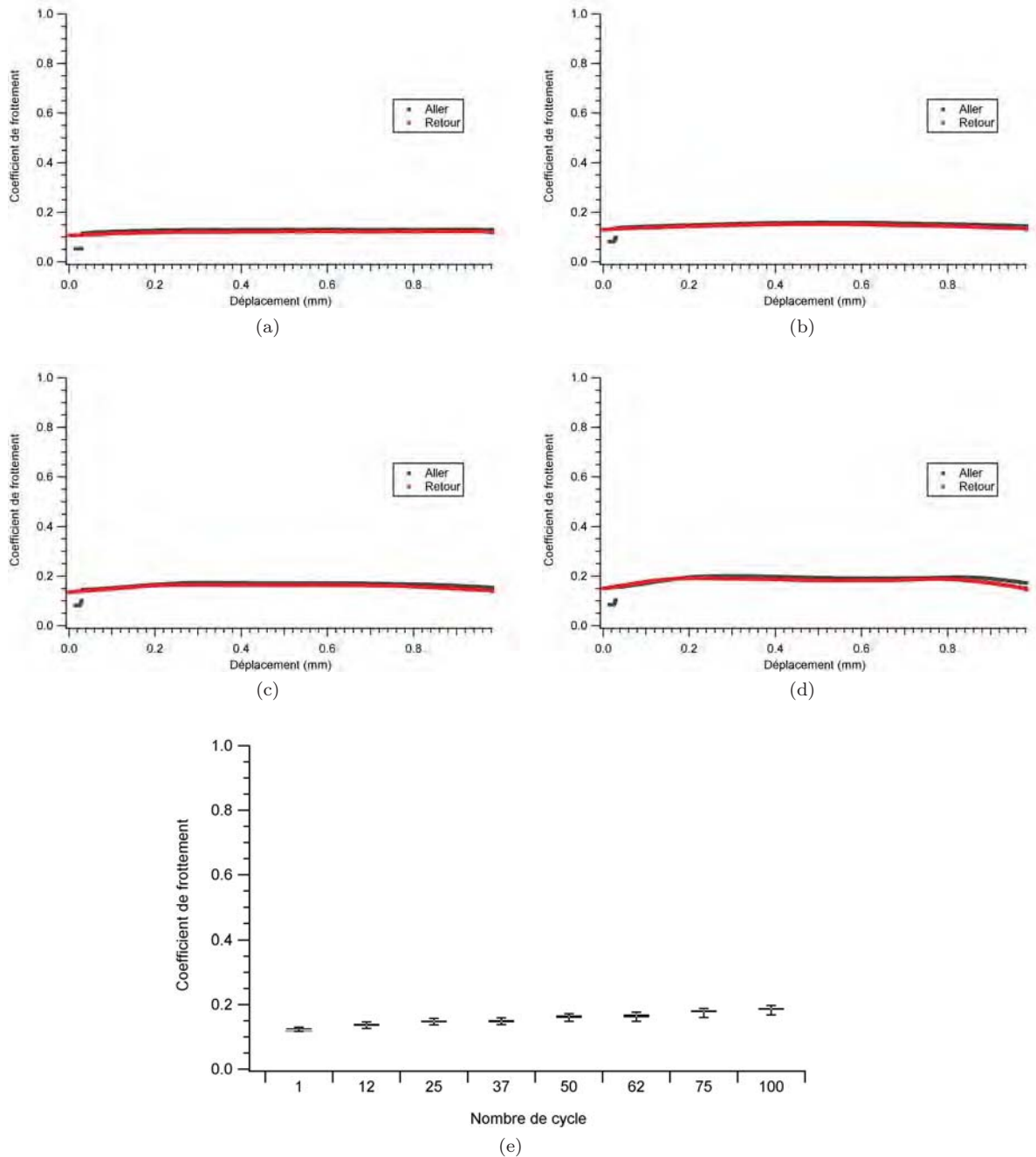


FIGURE 4.64: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon 10FC1 pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

Les valeurs du coefficient de frottement regroupées dans le tableau 4.42, montrent bien les transitions de comportement de frottement des alumines A97 et A99 contrairement aux nanocomposites 7FC1 et 10FC1. Les valeurs d'incertitude très faibles du coefficient de frottement pour les deux alumines avant la transition de frottement et pour les deux nanocomposites montrent la stabilité du frottement pendant les cycles. Toutefois, le plus faible coefficient de frottement de $0,16 \pm 0,03$ est observé avec l'échantillon 10FC1, mais l'alumine A99 présente une évolution du coefficient de frottement intermédiaire

entre les deux nanocomposites 7FC1 et 10FC1 tant que l'on reste en deçà du seuil de frottement.

TABLE 4.42: Évolution des coefficients de frottement μ des alumines A97, A99 et des composites 7FC1 et 10FC1 en fonction du nombre de cycles jusqu'à 100 cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min).

Cycles	μ (A97)	μ (A99)	μ (7FC1)	μ (10FC1)
1	$0,13 \pm 0,01$	$0,14 \pm 0,01$	$0,13 \pm 0,01$	$0,12 \pm 0,01$
12	$0,20 \pm 0,01$	$0,17 \pm 0,01$	$0,24 \pm 0,01$	$0,14 \pm 0,01$
25	$0,22 \pm 0,01$	$0,18 \pm 0,01$	$0,27 \pm 0,01$	$0,15 \pm 0,01$
37	$0,23 \pm 0,01$	$0,20 \pm 0,01$	$0,27 \pm 0,01$	$0,15 \pm 0,01$
50	$0,27 \pm 0,01$	$0,21 \pm 0,01$	$0,27 \pm 0,01$	$0,16 \pm 0,02$
62	$0,31 \pm 0,02$	$0,23 \pm 0,01$	$0,28 \pm 0,01$	$0,16 \pm 0,02$
75	$0,41 \pm 0,03$	$0,25 \pm 0,02$	$0,28 \pm 0,01$	$0,18 \pm 0,02$
100	$0,63 \pm 0,14$	$0,49 \pm 0,20$	$0,29 \pm 0,01$	$0,19 \pm 0,02$
moyen	$0,24 \pm 0,15$	$0,23 \pm 0,13$	$0,25 \pm 0,05$	$0,16 \pm 0,03$

b) Observations des traces d'usure des alumines et des nanocomposites $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-FeCr}$

Les images optiques prises chaque 50 cycles sur l'échantillon permettent l'observation de l'évolution des dégradations superficielles durant l'essai.

Les observations optiques sur l'échantillon A97 montrent des zones de couleur foncée de 10 à 60 μm de dimension, correspondant à des arrachements de grains liés au polissage et des zones de plus petites tailles liées aux porosités préexistantes de la surface (fig. 4.65a). Une légère abrasion de la surface de l'échantillon (changement de contraste) apparaît à partir du 50^e cycle, même si elle est difficile à observer (fig. 4.65b). L'abrasion devient plus visible au delà du 100^e cycle (fig. 4.65c). Les extrémités de la trace montrent les débris éjectés du contact alors qu'au centre de la trace, on peut observer les débris actifs dans le contact (fig. 4.65d). La trace continue de s'élargir jusqu'à 550 μm dans le sens perpendiculaire au déplacement.

Des arrachements de grains liés au polissage sont toujours présents en surface de l'échantillon A99 mais les observations ne montrent aucun endommagement de la surface jusqu'au 75^e cycle (fig. 4.66a, b, c). En revanche, on observe de l'usure à partir du 100^e cycle (fig. 4.66). L'effet de contraste au centre de la trace montre que les débris sont probablement accumulés à cet endroit. La trace ne montre pas d'éjection des débris hors de la trace.

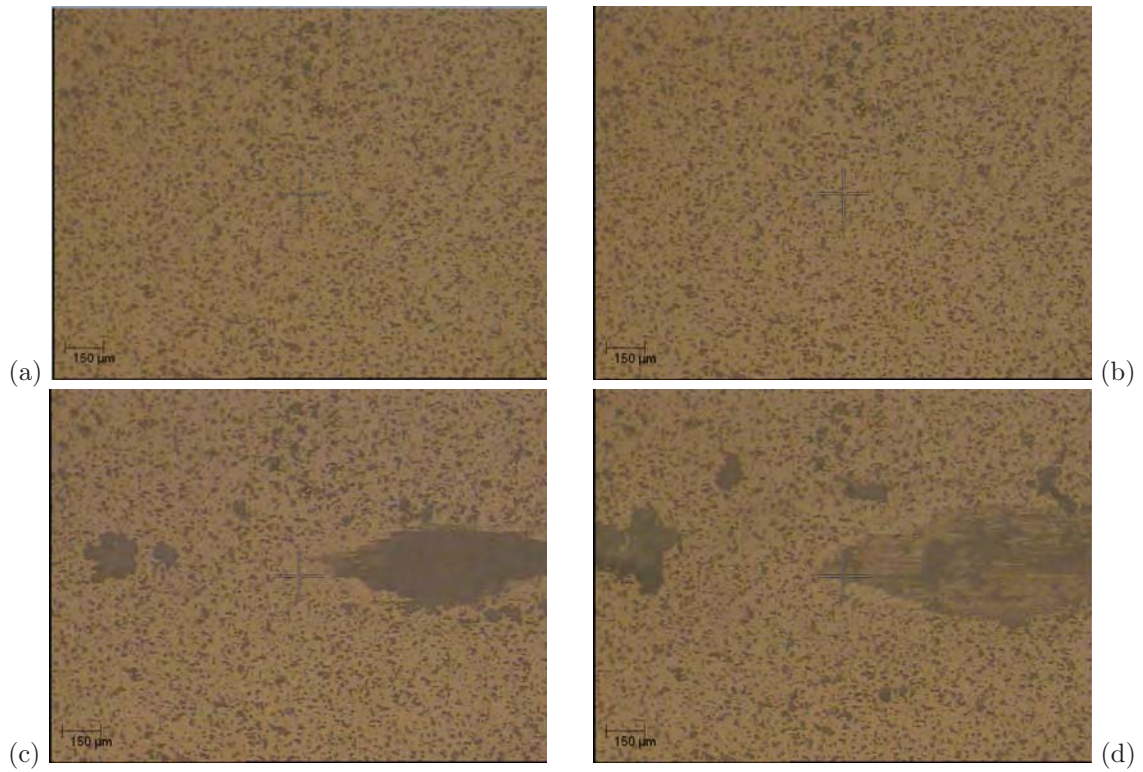


FIGURE 4.65: Évolution de la trace d'usure sur l'échantillon A97 pour les cycles (a) 25, (b) 50, (c) 100, (d) 150 ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

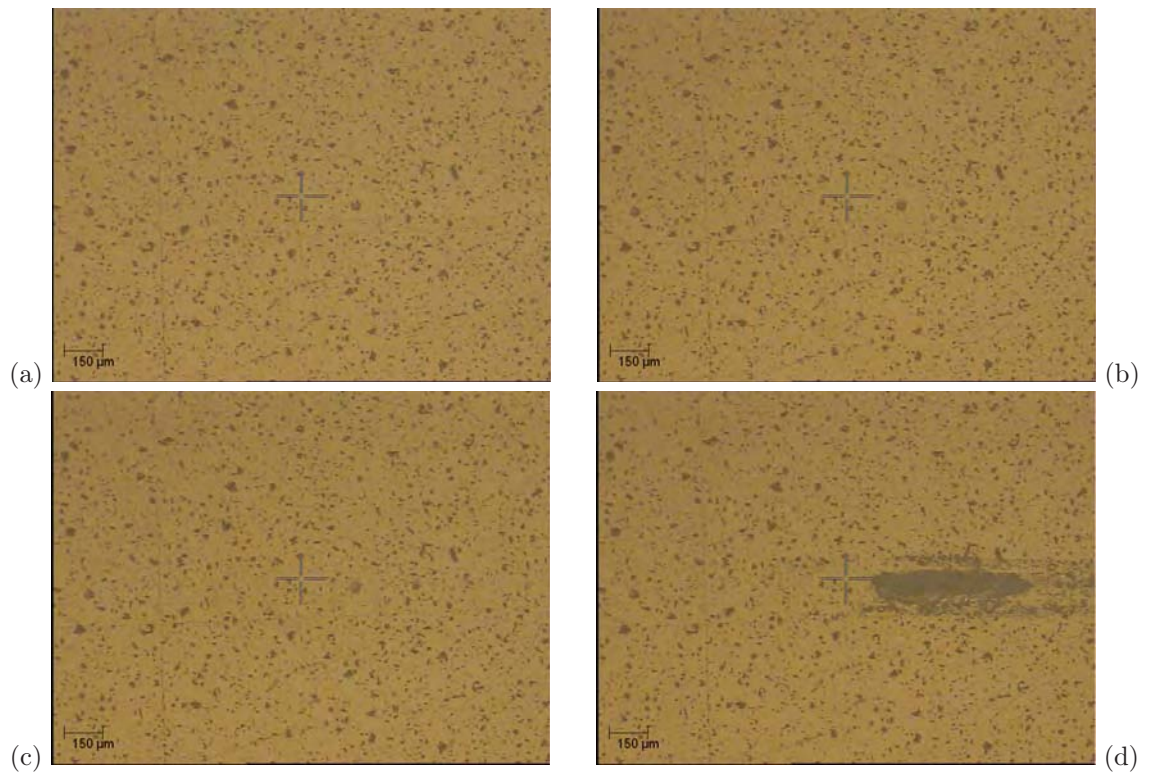


FIGURE 4.66: Évolution de la trace d'usure sur l'échantillon A99 pour les cycles (a) 25, (b) 50, (c) 75, (d) 100 ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 100$ cycles).

Sur les échantillons 7FC1 et 10FC1, l'altération des surfaces en fin d'essai est très peu visible, à l'image des observations obtenues pour les alumines A97 et A99 pour les faibles nombres de cycles.

Les observations au MEB effectuées sur l'échantillon A97 et son frotteur révèlent la présence de nombreux débris éjectés hors du contact et accumulés tout autour des traces sur l'échantillon et le frotteur (fig. 4.67a et b) ainsi qu'une couche compacte de débris qui couvre toute la surface de contact (fig. 4.67c et d).

Les observations MEB sur les échantillons 7FC1 et 10FC1 ne montrent pas de trace d'usure sauf quelques débris repartis probablement aux extrémités du trajet de frottement (fig. 4.68 et 4.69a, c). Les frotteurs présentent une couche de débris très fine et cohésive. Avec la séparation du contact après l'essai, la couche interfaciale est enlevée partiellement sur certaines zones du contact laissant apparaître la surface du frotteur sous la couche (fig. 4.69d). Des amas de débris en forme de rouleaux sont retrouvés sur la couche compacte de débris au centre de la trace sur le frotteur de 10FC1 (fig. 4.69b).

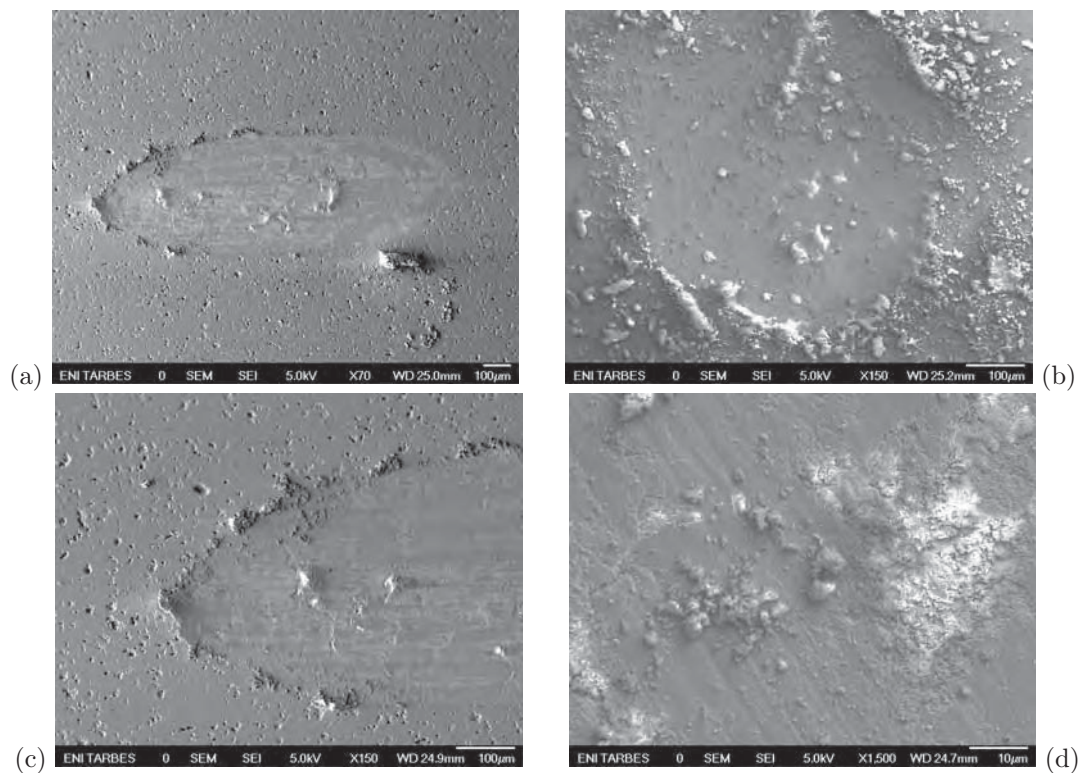


FIGURE 4.67: Vues générales des traces d'usure (a) sur l'échantillon A97 et (b) sur le frotteur alumine et (c) extrémité gauche de la trace sur l'échantillon A97 et (d) centre de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

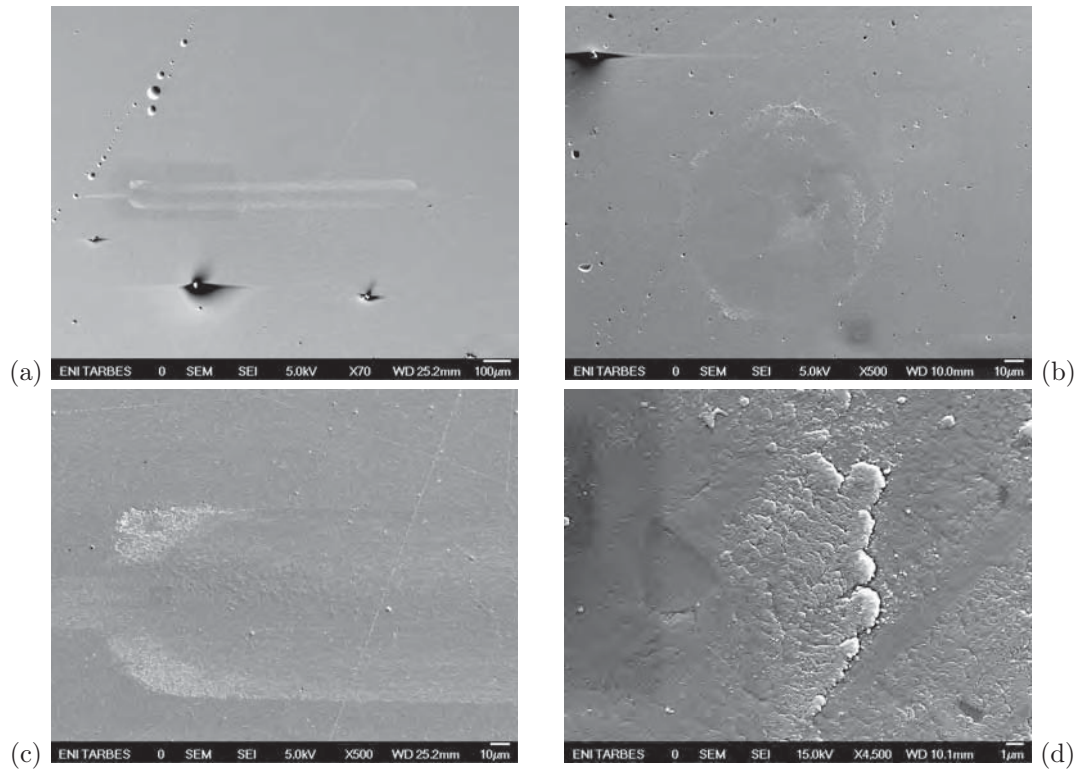


FIGURE 4.68: Vues générales des traces d'usure (a) sur l'échantillon 7FC1 et (b) sur le frotteur alumine, (c) extrémité gauche de la trace sur l'échantillon 7FC1 et (d) centre de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 225$ cycles).

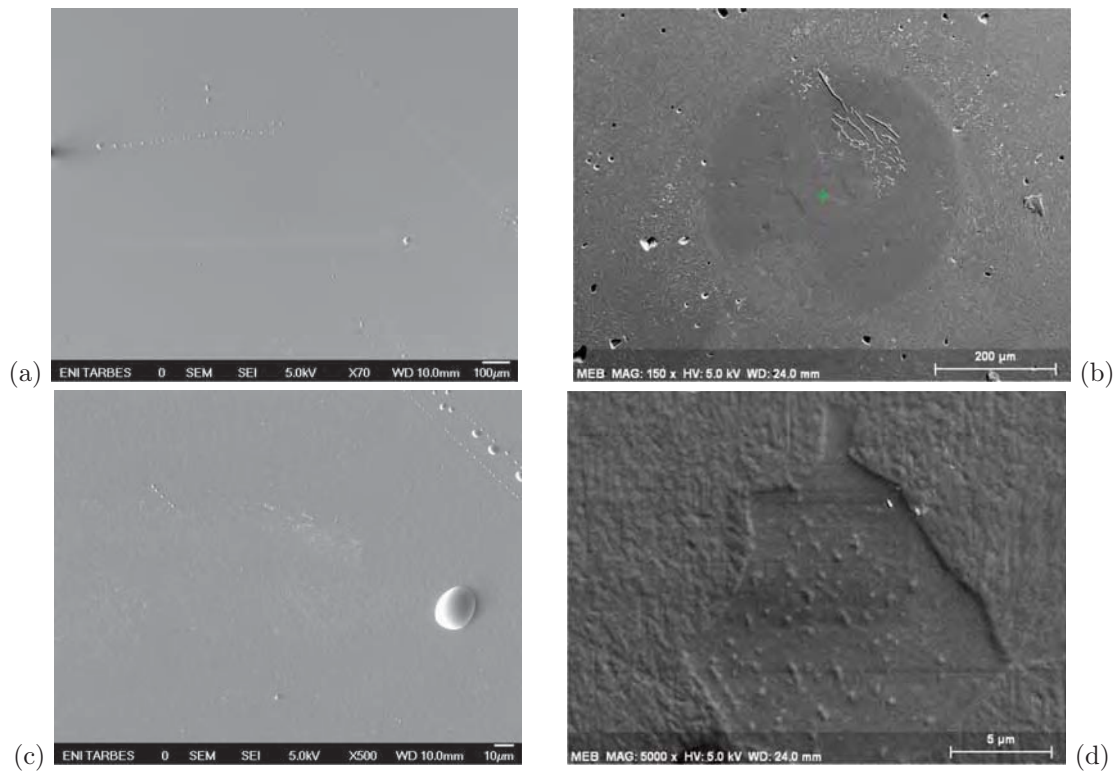


FIGURE 4.69: Vues générales des traces d'usure (a) sur l'échantillon 10FC1 et (b) sur le frotteur alumine (c) extrémité droite de la trace sur l'échantillon 10FC1 et (d) centre de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

L'analyse EDX de la surface non frottée du frotteur en alumine montre les pics caractéristiques de Al et O (fig. 4.70a). La couche de métallisation au palladium explique la présence des pics Pd. La couche de débris observée au centre de la trace d'usure du frotteur de 7FC1 ne présente que les pics de O et Al, indiquant la seule présence d'oxyde ou hydroxyde d'aluminium au contact c'est-à-dire sans transfert de fer ou de chrome provenant de l'échantillon antagoniste (fig. 4.70b). L'analyse de la couche des débris au centre du frotteur de 10FC1 indique cette fois-ci la présence de Fe et Cr dans les amas de débris en forme de rouleaux (fig. 4.71).

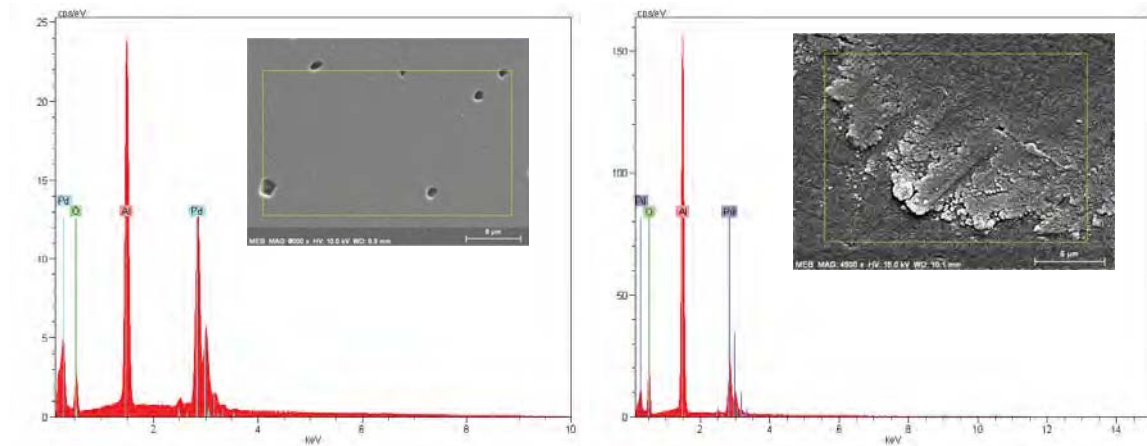


FIGURE 4.70: Analyse EDX sur le frotteur alumine (a) état non frotté, (b) après frottement contre le nanocomposite 7FC1 ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 225$ cycles).

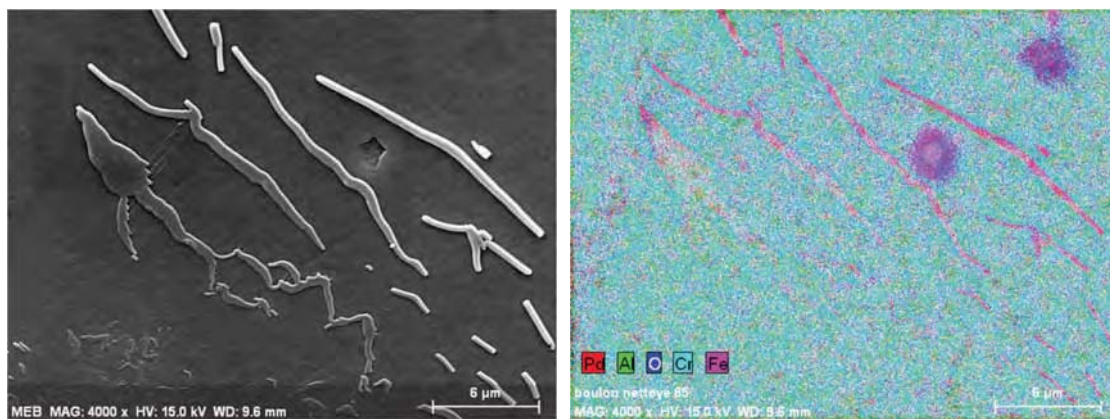


FIGURE 4.71: Analyse EDX et cartographie de la trace d'usure du frotteur alumine ayant glissé sur le nanocomposite 10FC1 ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

c) Mesures d'usure des aluminés et des nanocomposites $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-FeCr}$

Des relevés topographiques effectués en fin d'essai sur les échantillons A97, 7FC1 et 10FC1 sont donnés à la figure 4.72. L'alumine A97 présente une usure catastrophique sur 8 μm de profondeur. La zone périphérique de la trace est constituée d'accumulation des débris (environ 2 μm d'épaisseur) repoussés hors du contact dans la direction du déplacement.

Les nanocomposites 7FC1 et 10FC1 sont moins altérés que l'alumine A97. La profondeur de la trace du 7FC1 est de l'ordre de 0,2 μm à 0,4 μm . La trace est entourée par une couronne de débris éjectés de 0,4 μm d'épaisseur. La trace du 10FC1 est complètement couverte de débris sur 0,1 μm d'épaisseur, ce qui peut expliquer la difficulté à observer la trace soit par MEB soit par microscopie optique.

Les volumes et taux d'usure des échantillons et de leurs frotteurs sont rassemblés dans les tableaux 4.43. Les mesures confirment l'usure catastrophique des alumines en fin d'essai, aussi bien pour les échantillons que pour les frotteurs, ce qui se traduit par un taux d'usure K particulièrement élevé puisqu'il atteint $293 \cdot 10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$. Ces valeurs de taux d'usure sont très supérieures à celles obtenues en fretting (tableau 4.23).

TABLE 4.43: Volumes d'usure sur les échantillons A97, 7FC1 et 10FC1 et sur leurs frotteurs alumine ainsi que les taux d'usure associés.

Échantillon	D_0 (m)	V_d ($10^3 \mu\text{m}^3$)	V_p ($10^3 \mu\text{m}^3$)	V_c ($10^3 \mu\text{m}^3$)	V_c/D_0 ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1}$)	K ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)
A97	0,30	800 ± 5	958 ± 50	1759 ± 55	5860 ± 190	293 ± 9
7FC1	0,45	$-0,61 \pm 0,13$	$4,15 \pm 0,16$	$3,54 \pm 0,29$	$7,86 \pm 0,64$	$0,39 \pm 0,03$
10FC1	0,30	$-1,07 \pm 0,02$	$3,38 \pm 0,13$	$2,31 \pm 0,13$	$7,71 \pm 0,51$	$0,39 \pm 0,03$

En revanche, les volumes d'usure mesurés sur les composites 7FC1 et 10FC1 montrent une très faible usure des échantillons (les valeurs négatives des volumes d'usure résultent de l'accumulation de débris sur le pourtour du contact) mais une plus forte usure des frotteurs qui produisent l'essentiel des débris. Les taux d'usure obtenus sont à peu près du même ordre de grandeur que ceux calculés en fretting (tableau 4.25).

d) Relevés en émission acoustique

Lors des essais de glissement alternatif un relevé d'énergie absolue cumulée d'émission acoustique E_a a été réalisé pour les échantillons A97, 7FC1 et 10FC1.

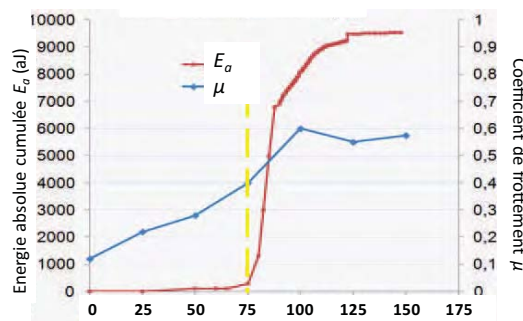


FIGURE 4.73: Évolution du coefficient de frottement μ et de l'énergie absolue cumulée de l'échantillon A97 en fonction du nombre de cycles ($P = 20 \text{ N}$, $\delta = 1 \text{ mm}$, $v = 20 \text{ mm/min}$, $N = 150 \text{ cycles}$).

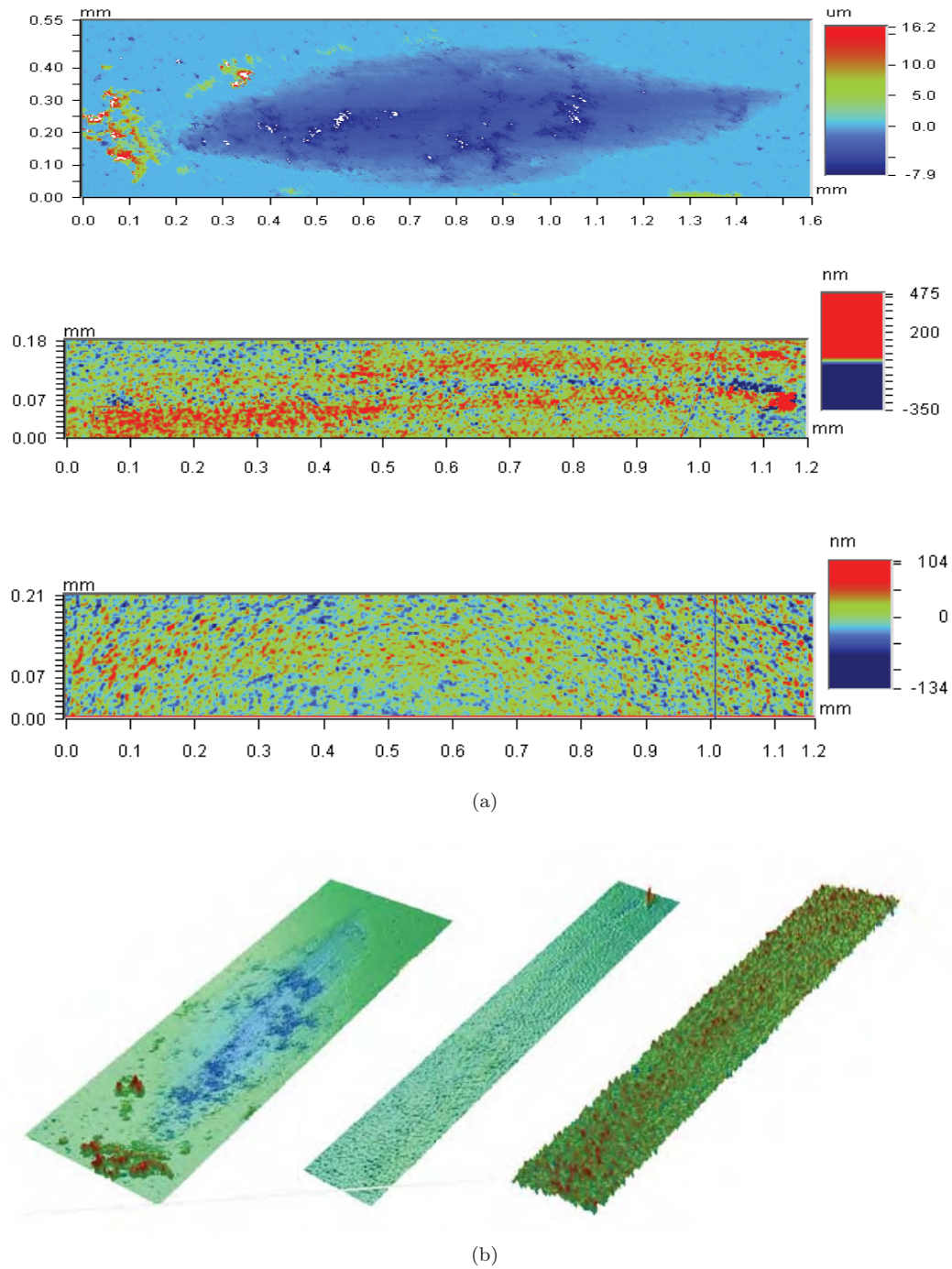


FIGURE 4.72: (a) Relevés topographiques 2D des traces d'usure sur les échantillons A97 à 150 cycles, 7FC1 à 225 cycles et 10FC1 à 150 cycles respectivement de haut en bas ($P = 20 \text{ N}$, $\delta = 1 \text{ mm}$, $v = 20 \text{ mm/min}$) et (b) relevés topographiques 3D associés des mêmes traces d'usure respectivement de gauche à droite.

En ce qui concerne l'alumine A97, l'activité acoustique entre le premier et le 75^e cycle est de très faible amplitude, voire même nulle (fig. 4.73). La croissance de l'activité acoustique augmente à partir du 75^e cycle pour atteindre une énergie absolue cumulée de 9500 aJ au 125^e cycle, ce qui veut dire que les événements acoustiques sont plus nombreux et de plus haute amplitude (hautement énergétique) à cette étape de l'essai. À partir du 125^e cycle, il n'y a pratiquement plus d'événements acoustiques jusqu'à la fin de l'essai et l'énergie absolue cumulée reste constante. L'évolution du coefficient de frottement μ augmente régulièrement avec le nombre de cycles sans relation directe avec l'énergie absolue cumulée. Au regard des observations optiques et MEB sur l'alumine A97 et son frotteur, il n'y a effectivement pas d'usure jusqu'à 50^e cycle et donc aucun mécanisme d'endommagement à l'origine d'éventuel signal acoustique.

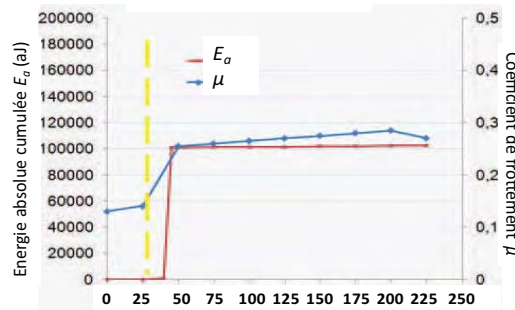


FIGURE 4.74: Évolution du coefficient de frottement μ et de l'énergie absolue cumulée de l'échantillon 7FC1 en fonction du nombre de cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 225$ cycles).

L'activité acoustique du composite 7FC1 ressemble à celle de l'alumine A97 avec une montée brusque en énergie entre le 25^e et le 50^e cycle (fig. 4.74). Cependant, l'énergie acoustique atteint cette fois plus de 100 000 aJ, ce qui est 10 fois plus important que dans le cas de l'alumine A97. Ici, l'évolution du coefficient de frottement est étroitement liée aux paramètres acoustiques. L'énergie absolue cumulée est cependant plus sensible aux efforts de frottement. De plus, cette énergie permet de déterminer avec précision le déclenchement de l'usure du contact, en particulier du frotteur (tableau 4.43).

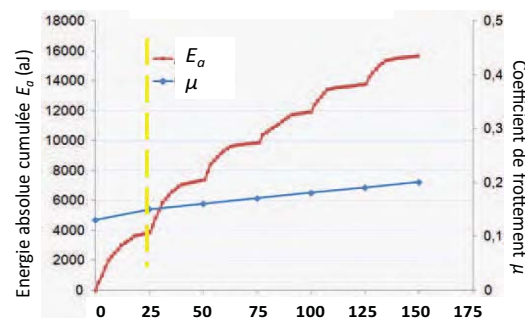


FIGURE 4.75: Évolution du coefficient de frottement μ et de l'énergie absolue cumulée de l'échantillon 10FC1 en fonction du nombre de cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

L'activité acoustique du composite 10FC1 diffère des deux cas précédents : elle est présente et régulière pendant toutes les étapes de l'essai (fig. 4.75). L'activité acoustique du 1^{er} au 25^e cycle (à la première ouverture du contact) augmente puis se stabilise autour de 4000 aJ. Cette activité se reproduit presque à l'identique entre le 26^e et le 50^e cycle (à la deuxième ouverture du contact) pour atteindre une énergie absolue de 3500 aJ (soit 7500 aJ depuis le début de l'essai). Au 150^e cycle (6^e ouverture du contact et fin de l'essai), l'énergie cumulée atteint 16 000 aJ après une élévation de 2000 aJ depuis le 125^e cycle. L'énergie acoustique cumulée augmente donc avec une légère atténuation au cours de l'essai, à l'image de l'évolution du coefficient de frottement. Ceci impliquerait une usure faible mais régulière tout au long de l'essai.

e) Essais de courte durée

Pour étudier les cinétiques d'usure, des essais interrompus ont été effectués au bout de 75 cycles pour A97, de 50 cycles pour 7FC1 et de 25 cycles pour 10FC1. Comme observée lors de l'essai précédent de durée relativement longue, l'alumine A97 présente une usure catastrophique de la surface de 6 μm de profondeur (fig. 4.76 et 4.79). La zone périphérique de la trace est constituée de l'accumulation des débris (environ 8 μm d'épaisseur) repoussés hors du contact dans la direction du déplacement. Les nanocomposites 7FC1 et 10FC1 sont moins altérés que l'alumine A97. La trace de 7FC1 ne montre aucun enlèvement de matière, mais on constate du transfert de 0,2-0,4 μm d'épaisseur tout autour de la trace (fig. 4.77, 4.78 et 4.79). On constate l'altération de la surface sur une largeur de 20-30 μm , mais la perte/transfert de matière reste difficile à distinguer.

Les volumes et taux d'usure des échantillons et de leurs frotteurs sont rassemblés dans le tableau 4.44. Les mesures confirment une usure élevée pour le couple alumine/A97 mais celle-ci est 4 à 5 fois plus faible que précédemment et le frotteur est le principal contributeur avec une usure 5 fois plus élevée que celle de l'échantillon.

TABLE 4.44: Volumes d'usure sur les échantillons A97, 7FC1 et 10FC1 et sur leurs frotteurs alumine ainsi que les taux d'usure associés.

Échantillon	D_0 (m)	V_d ($10^3 \mu\text{m}^3$)	V_p ($10^3 \mu\text{m}^3$)	V_c ($10^3 \mu\text{m}^3$)	V_c/D_0 ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1}$)	K ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)
A97	0,15	32±2	156±2	188±5	1256±32	63±2
7FC1	0,10	-2,6±0,5	3,6± 0,2	1,0±0,7	11±6	0,6±0,3
10FC1	0,05	-0,5±0,1	3,2± 0,1	2,7±0,2	55±5	2,8±0,2

Avec les nanocomposites 7FC1 et 10FC1, ce sont encore les frotteurs qui produisent l'essentiel des débris qui s'accumulent sur le pourtour du contact sur l'échantillon. Cependant, les taux d'usure des frotteurs sont beaucoup plus élevés que pour les essais de plus longue durée : 4 fois plus pour celui de 7FC1 et 6 fois plus pour celui de

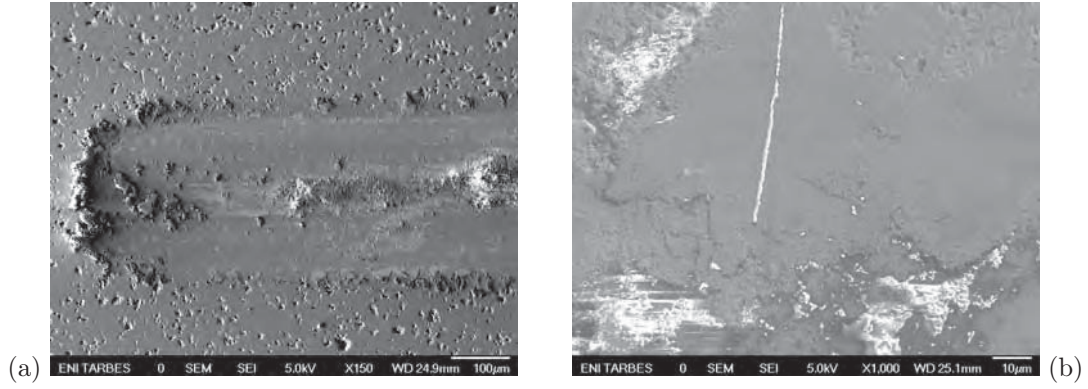


FIGURE 4.76: Traces d'usure (a) à l'extrémité gauche de la trace sur l'échantillon A97 et (b) sur le bord de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 75$ cycles).

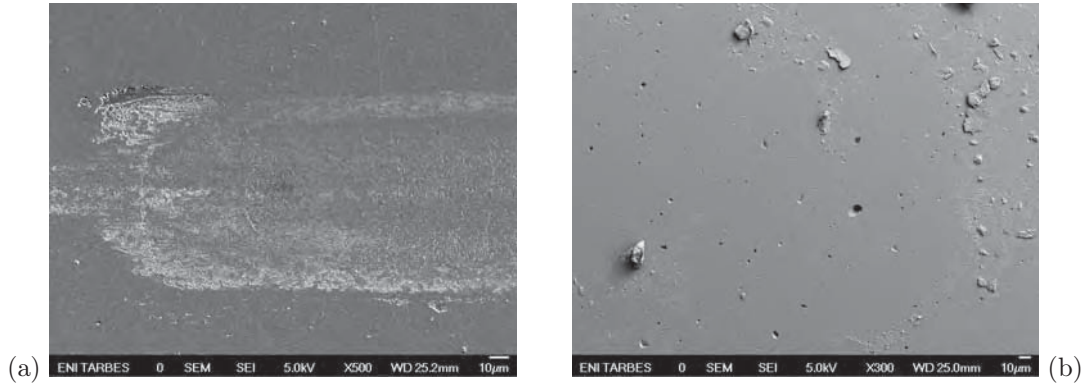


FIGURE 4.77: Traces d'usure (a) à l'extrémité gauche de la trace sur l'échantillon 7FC1 et (b) sur le bord de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 50$ cycles).

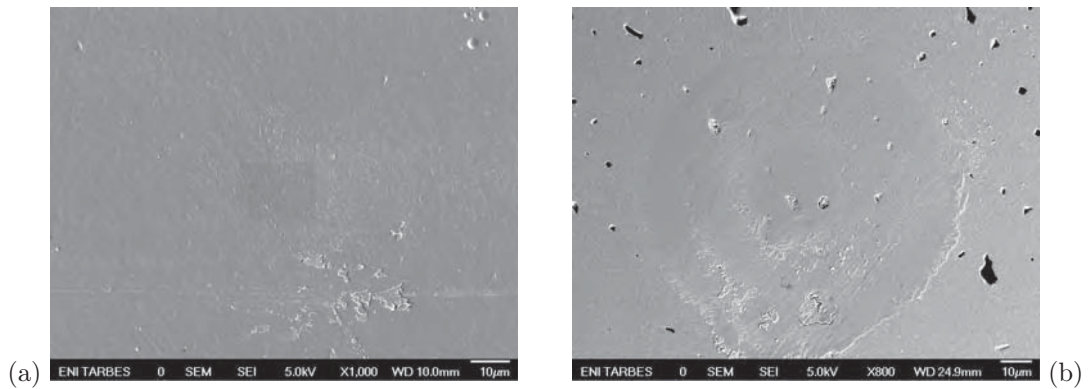


FIGURE 4.78: Traces d'usure (a) à l'extrémité gauche de la trace sur l'échantillon 10FC1 et (b) sur le bord de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 25$ cycles).

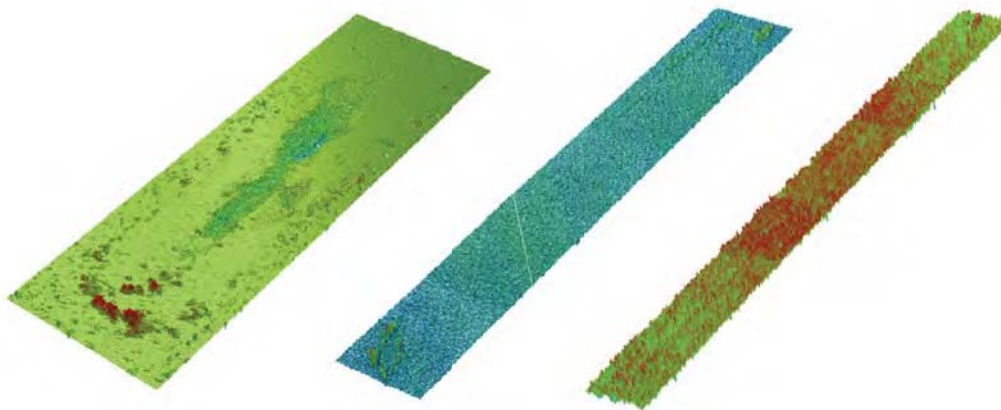
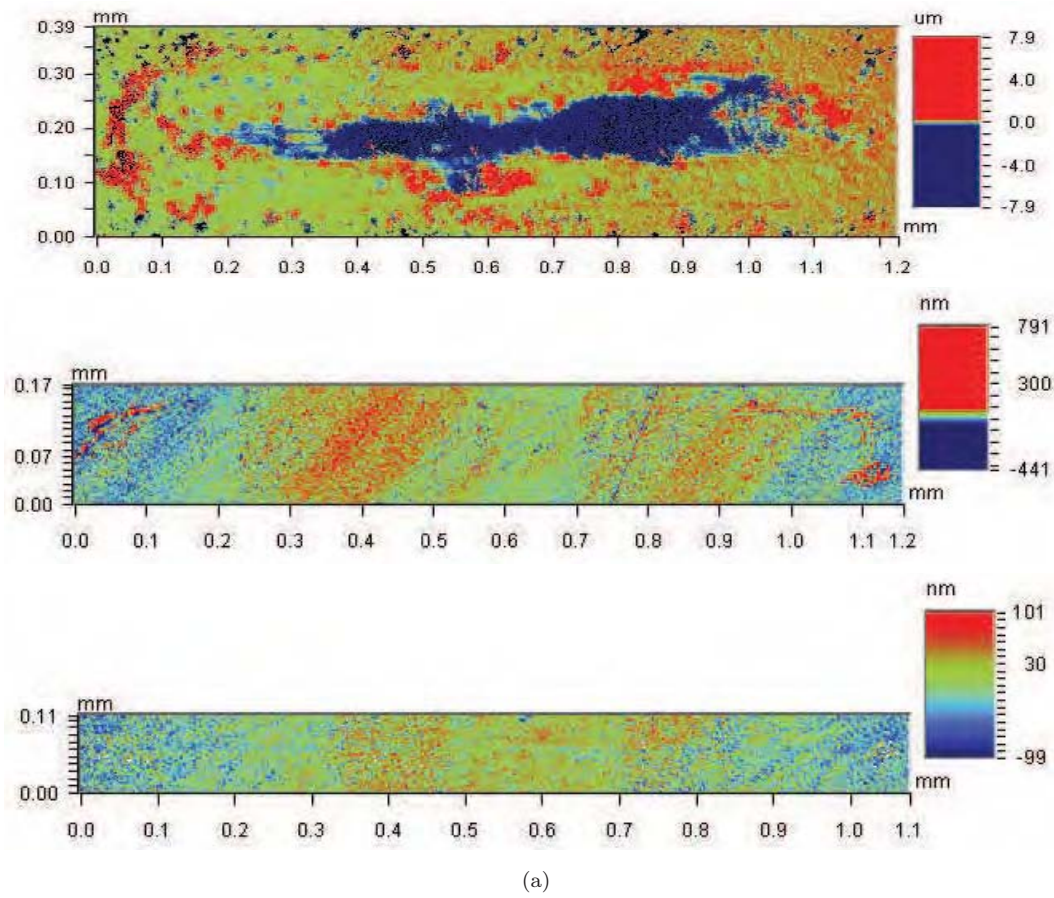


FIGURE 4.79: (a) Relevés topographiques 2D des traces d'usure sur les échantillons A97 à 75 cycles, 7FC1 à 50 cycles et 10FC1 à 25 cycles respectivement de haut en bas ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min) et (b) relevés topographiques 3D associés des mêmes traces d'usure respectivement de gauche à droite.

10FC1. Ceci conduit bien entendu à des taux d'usure K plus élevés, mais l'on note cette fois une nette différence entre les deux nanocomposites, le facteur K de 10FC1 étant pratiquement 5 fois plus grand que celui de 7FC1. Une conséquence de cette différence est une chute beaucoup plus rapide de la pression dans le contact pour le nanocomposite 10FC1.

4.2.2. COMPORTEMENT DU NANOCOMPOSITE Al_2O_3 -Fe-NTC

a) Évolution des coefficients de frottement

Le coefficient de frottement de l'échantillon 3N5F augmente de 0,17 à 0,36 après 25 cycles puis progresse faiblement jusqu'à 0,44 à la fin de l'essai (fig. 4.80 et tableau 4.45).

Ce comportement en frottement est similaire à celui observé pour les composites 7FC1 et 10FC1 (tableau 4.42) mais la valeur de stabilité du coefficient de frottement s'établit à une valeur nettement plus élevée. La présence de NTC dans la matrice alumine-fer conduit donc à une élévation du coefficient de frottement, mais sans entraîner de transition de frottement comme pour les échantillons d'alumine.

TABLE 4.45: Évolution du coefficient de frottement μ du composite 3N5F en fonction du nombre de cycles jusqu'à 100 cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min).

Cycles	μ (3N5F)
1	$0,17 \pm 0,02$
12	$0,26 \pm 0,02$
25	$0,36 \pm 0,03$
37	$0,38 \pm 0,02$
50	$0,40 \pm 0,02$
62	$0,42 \pm 0,03$
75	$0,43 \pm 0,02$
100	$0,44 \pm 0,02$

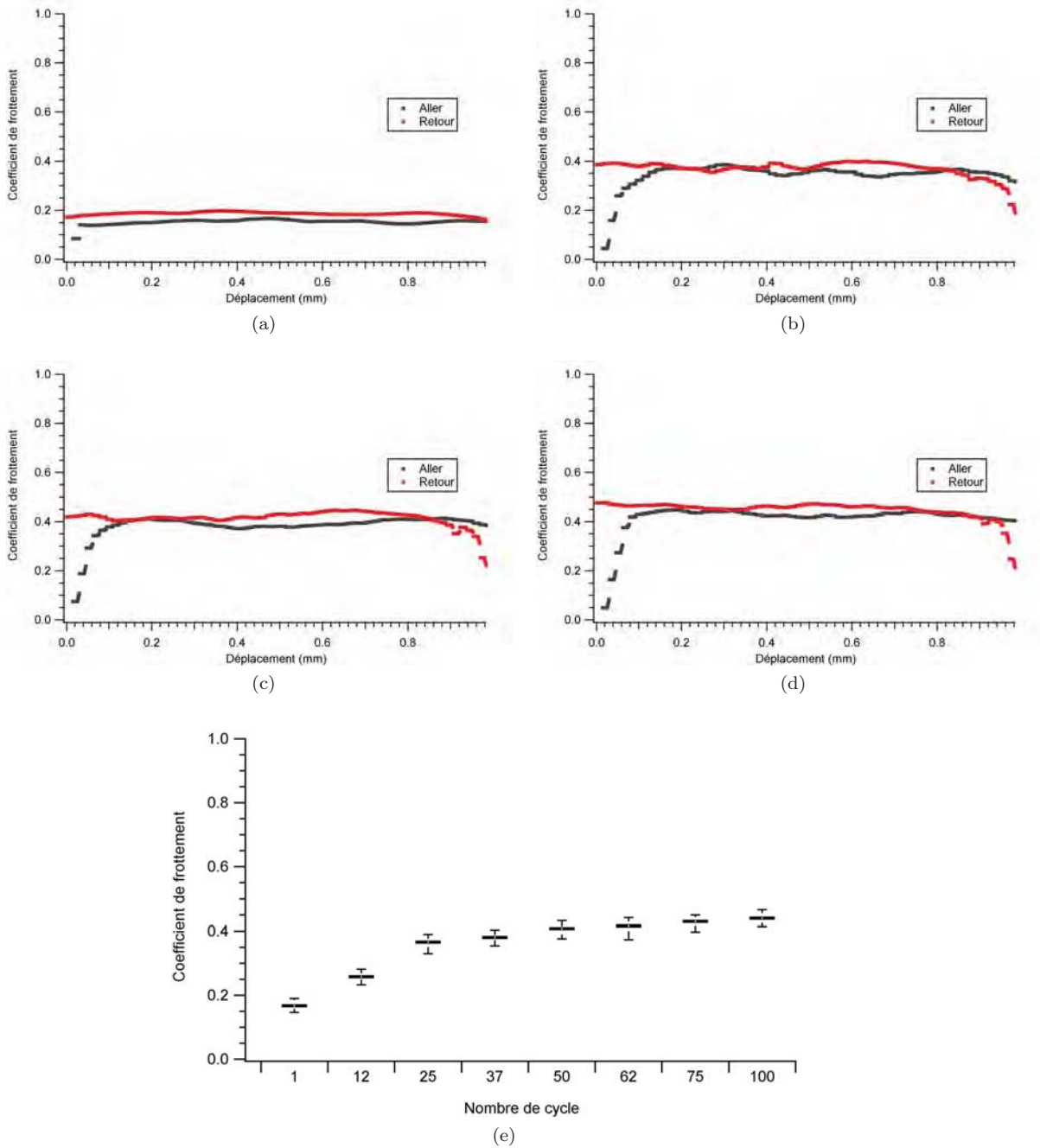


FIGURE 4.80: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon 3N5F pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 100$ cycles).

b) Observations de la trace d'usure du nanocomposite $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe-NTC}$

Les observations optiques obtenues chaque 25 cycles montrent que la trace d'usure se forme dès le début de l'essai et évolue lentement jusqu'à la fin (élargissement de la trace) (fig. 4.81).

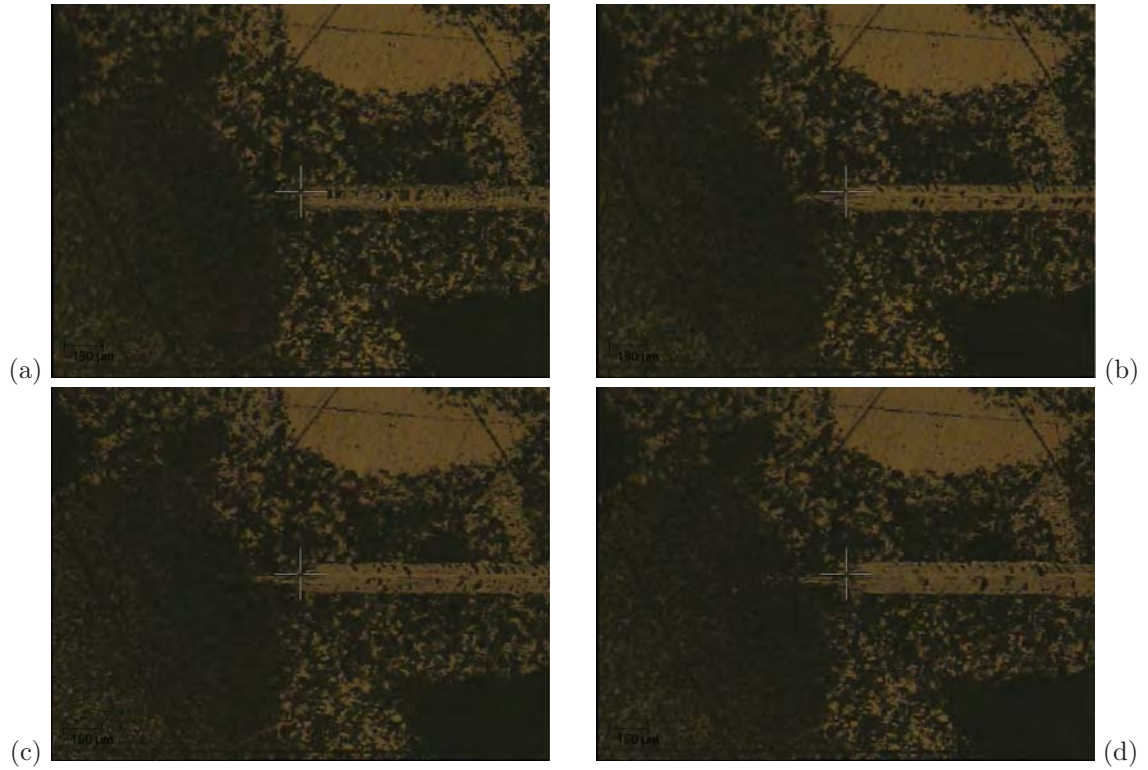


FIGURE 4.81: Évolution de la trace d'usure sur l'échantillon 3N5F pour les cycles (a) 25, (b) 50, (c) 75, (d) 100 ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 100$ cycles).

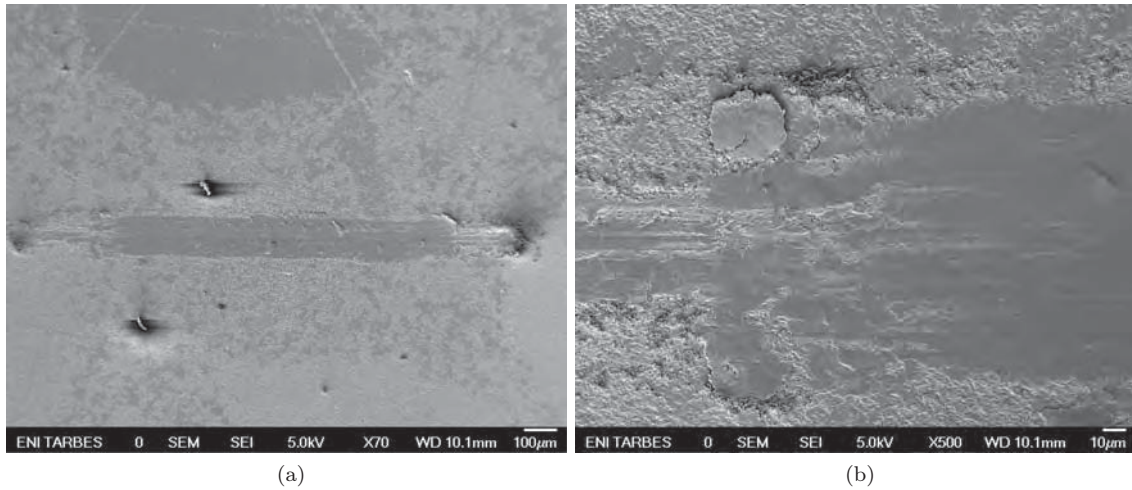


FIGURE 4.82: Traces d'usure sur l'échantillon 3N5F (a) vue générale (b) bord de la trace ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 100$ cycles).

Les observations MEB du faciès d'usure de l'échantillon 3N5F au 100^e cycle montrent que la trace est couverte d'une couche de débris (fig. 4.82a). Les stries de frottement montrent que le frottement se passe entre cette couche et le frotteur. Les débris repoussés se sont accumulés aux extrémités de la trace (fig. 4.82b). L'analyse EDX de la couche de débris formée au bord de la trace indique la présence de Fe (fig. 4.83).

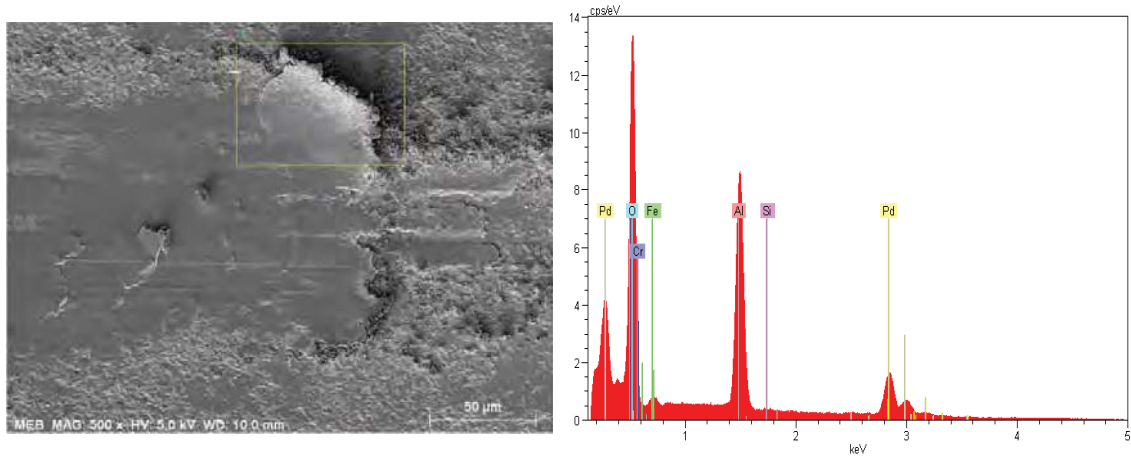


FIGURE 4.83: Analyse EDX de la trace d'usure sur l'échantillon 3N5F ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 100$ cycles).

c) Mesures d'usure du nanocomposite Al_2O_3 -Fe-NTC

La topographie de la surface de l'échantillon 3N5F montre que la profondeur de la trace est de $0,4 \mu\text{m}$ en moyenne (fig. 4.84). La zone périphérique de la trace est constituée de l'accumulation des débris (environ $1,5 \mu\text{m}$ d'épaisseur) repoussés hors du contact dans la direction du déplacement. L'usure du frotteur est nettement plus marquée que pour les autres composites, mais le taux d'usure K du contact reste l'un des plus faibles de cette série d'essais, et l'un des meilleurs par rapport aux essais de fretting (tableau 4.46). Le volume d'usure du contact V_c est ici particulièrement faible et présente même une valeur négative peu physique, en raison de difficultés de mesure, illustrée par le fort écart-type associé à ce volume.

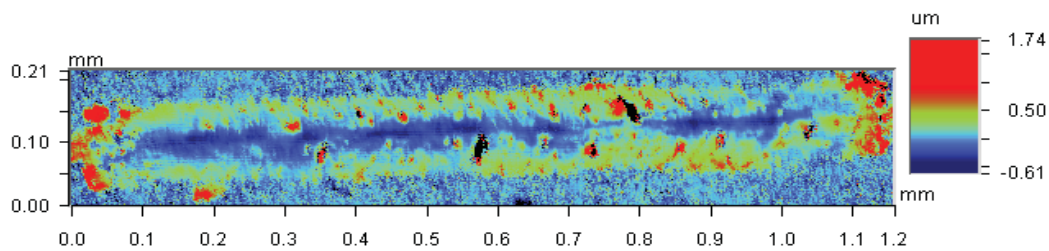


FIGURE 4.84: Relevé topographique de la trace d'usure sur l'échantillon 3N5F ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 100$ cycles).

TABLE 4.46: Volumes d'usure sur l'échantillon 3N5F et sur son frotteur alumine, ainsi que les taux d'usure associés.

Échantillon	D_0 (m)	V_d ($10^3 \mu\text{m}^3$)	V_p ($10^3 \mu\text{m}^3$)	V_c ($10^3 \mu\text{m}^3$)	V_c/D_0 ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1}$)	K ($10^3 \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)
3N5F	0,20	$-17,1 \pm 0,1$	$16,6 \pm 1,7$	$-0,5 \pm 1,8$	$-2,6 \pm 8,7$	$-0,13 \pm 0,44$

d) Mécanismes de dégradation

Le scénario d'usure des alumines (A97, A99) en glissement alternatif contre le frotteur d'alumine est illustré à la figure 4.85. Au début de l'essai, le frottement se fait par cisaillement dans les écrans sur le disque et le frotteur. Les débits sources sont alors presque nuls. On observe ensuite une transition brutale de comportement par fatigue du contact qui entraîne la formation de nombreux débris. Les débits sources deviennent alors très importants et proviennent à la fois du disque et du frotteur. Le troisième corps forme une couche épaisse de débris adhérents sur les deux antagonistes du couple de frottement. Cette couche de troisième corps est fortement cisailée et une importante quantité de débris est éjectée hors du contact engendrant un débit d'usure élevé.

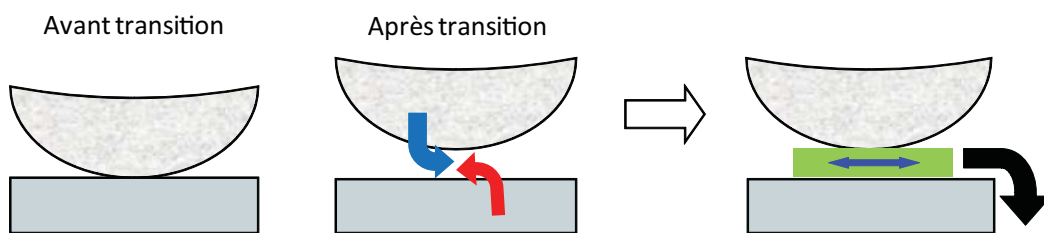


FIGURE 4.85: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des alumines (A97, A99) face à un frotteur en alumine A99 : (a) cisaillement dans les écrans sans usure, (b) endommagement de la surface par fatigue suivi de la phase de formation des débris avec débits sources du frotteur et du disque, (c) régime permanent avec débit interne de 3^e corps et débit d'usure.

L'ajout de particules métalliques dans la matrice alumine (7FC1 et 10FC1) a considérablement modifié le scénario d'usure (fig. 4.86). Les débits sources sont très faibles comparativement aux alumines pures et la transition du comportement n'est pas observée. Le débit source des frotteurs en alumine est maintenant plus important que celui des échantillons. Le troisième corps forme une fine couche de débris qui adhère sur le disque, et la zone de glissement se concentre à l'interface troisième corps/frotteur. Ce type d'accommodation limite la dégradation du disque et l'éjection des débris est faible.

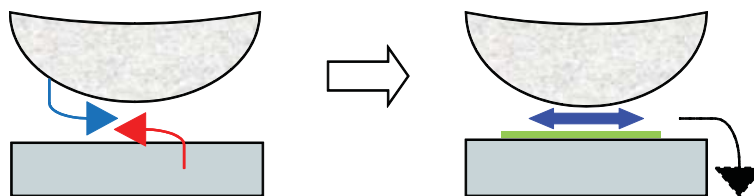


FIGURE 4.86: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des composites FeCr (7FC1 et 10FC1) face à un frotteur en alumine A99 : (a) phase de formation des débris avec débits sources du frotteur et de l'échantillon, et (b) régime permanent avec débit interne de 3^e corps et débit d'usure.

Avec les composites alumine-métal-NTC, les débits sources sont plus importants qu'avec les composites alumine-métal, mais restent cependant faibles par rapport aux alumines (fig. 4.87). La présence des NTC aux joints des grains ne semble pas altérer la tenue

superficielle du composite. Le troisième corps obtenu s'épaissit progressivement et de façon plus importante que précédemment. La couche de troisième corps est fortement sollicitée mais adhère fortement sur l'échantillon et la quantité de débris éjectée hors du contact reste très faible engendrant un débit d'usure très bas comparativement aux autres échantillons.

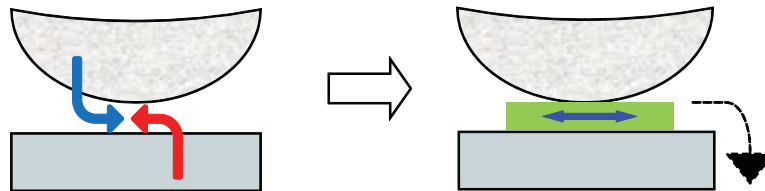


FIGURE 4.87: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des composites avec nanotubes de carbone (3N5F) face à un frotteur en alumine A99 (même symbolisme que la figure précédente).

4.2.3. CONCLUSIONS

Cinq échantillons (deux aluminés A97 et A99, et trois composites 7FC1, 10FC1 et 3N5F) ont été étudiés en glissement alternatif contre une bille en alumine de diamètre 3 mm pour des conditions de sollicitations constantes en débattement ($\delta = 1$ mm), en vitesse ($v = 20$ mm/min) et en charge ($P = 20$ N). Les aluminés A97 et A99 ont présenté des coefficients de frottement stables de l'ordre de 0,25 jusqu'à l'apparition d'une transition précoce et progressive pour l'alumine A97, mais plus tardive et brutale pour l'alumine A99, conduisant à des coefficients de frottement supérieurs à 0,6. Cette transition est accompagnée d'une forte activité acoustique et se traduit par une usure très élevée à la fois des échantillons et de leurs frotteurs. Les débris formés constituent un film interfacial relativement épais, mais peu endurant et qui n'assure pas de portance suffisante pour limiter les interactions entre les deux corps en présence.

La présence de nanoparticules FeCr dans la matrice alumine (échantillons 7FC1 et 10FC1) conduit à une augmentation significative de l'endurance du contact en éliminant l'apparition de la transition et en réduisant notablement les coefficients de frottement jusqu'à des valeurs très basses de 0,16 dans le cas du composite ayant la plus forte teneur en nanoparticules FeCr. L'usure en fin d'essai est réduite et les taux d'usure sont de l'ordre de grandeur de ceux obtenus en fretting.

L'introduction de NTC dans le composite avec nanoparticules de fer (échantillon 3N5F) a légèrement dégradé le comportement tribologique de ce matériau comparativement aux FeCr-Al₂O₃ (coefficients de frottement de l'ordre de 0,4 et plus grande usure du frotteur) sans cependant conduire à la transition de comportement observée sur les aluminés sans nanoparticules.

La hiérarchie établie en fretting est ainsi fortement modifiée en glissement alternatif. Bien que les faciès d'usure soient assez comparables (débris de taille submicronique, formation d'un film interfacial entre les surfaces de contact, éjection et accumulation des

débris sur les bords du contact), le mécanisme de grippage précoce et brutal observé sur les nanocomposites avec NTC en fretting n'est pas reproduit en glissement alternatif. En revanche, les alumines s'avèrent moins endurantes que les composites en glissement alternatif. Néanmoins, on constate que le composite à plus forte teneur en particules de FeCr présente le meilleur compromis à la fois en fretting et en glissement alternatif. Ce constat est difficilement interprétable à la seule vue de ses propriétés mécaniques.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Des composites à matrice alumine Al_2O_3 -FeCr à différentes teneurs en nanoparticules métalliques (7, 10 et 20% en fer-chrome) et des composites alumine-Fe-NTC contenant des nanotubes de carbone (3% et 4% de NTC) ont été élaborés par SPS pour tenter de renforcer des aluminés traditionnellement obtenues par frittage naturel à partir de poudres industrielles. Comparativement à ces aluminés frittés naturelles, les propriétés mécaniques des composites frittés SPS présentent des résistances à la rupture et des duretés nettement améliorées, bien que le composite avec NTC montre une ténacité réduite due à la présence des NTC préférentiellement aux joints des grains. Cependant, les meilleures performances mécaniques sont obtenues par une alumine élaborée avec des poudres industrielles par frittage SPS avec faible taille de grains et sans nanoparticules.

Le comportement tribologique de ces matériaux a d'abord été étudié dans des **conditions de fretting** à débattement libres contre un frotteur hémisphérique en alumine frittée naturelle. Deux modes de chargement (chargement progressif par paliers et chargement constant) pour une fréquence et un débattement initial constants ont été retenus. Ces procédures expérimentales ont permis l'identification directe des phénomènes de grippage ainsi que l'étude plus classique de l'usure des matériaux formant le contact. Une modélisation paramétrique a permis de décrire l'ensemble des résultats expérimentaux à travers six paramètres : un taux de glissement, un coefficient de frottement, un seuil de grippage, une énergie dissipée maximale et deux taux d'usure (l'un correspondant à l'approche d'Archard et l'autre à une approche énergétique).

Le comportement en glissement des aluminés frittés naturelles ou frittés SPS est peu modifié par leur mode d'élaboration et leur pureté. Sollicitée en chargement progressif, l'alumine SPS présente l'un des plus forts coefficients de frottement (0,45) mais aussi le seuil de grippage le plus élevé (41,8 N). Toujours en chargement progressif, l'introduction de nanoparticules métalliques de FeCr dans la matrice alumine ne conduit qu'à de légères modifications de comportement au glissement. Néanmoins, la teneur intermédiaire de 10 % de FeCr conduit au plus bas coefficient de frottement (0,42) et au plus haut seuil de grippage (41,1 N). En revanche, l'introduction de nanotubes de carbone dans la matrice alumine comportant des particules de fer se distingue par l'apparition d'une transition de charge séparant un comportement à faible charge semblable aux

autres composites et aux alumines suivi d'une augmentation brutale du coefficient de frottement ($> 0,7$) et d'un grippage prématuré (< 28 N). Sollicités en chargement constant, les coefficients de frottement sont systématiquement réduits et les seuils de grippage augmentés, impliquant ainsi de meilleures performances, sauf à faible charge dans le cas du nanocomposite avec NTC (%).

Les mesures profilométriques montrent de très faibles pertes de matière associées à des incertitudes de mesure assez importantes. Cependant, on constate clairement que l'essentiel de la matière enlevée provient du frotteur en alumine, sauf dans le cas des composites avec NTC. Les traces d'usure observées sur les alumines et les composites avec particules FeCr sont recouvertes par une fine couche de débris alors que celles des frotteurs révèlent un faciès de microabrasion. Le frotteur constitue ainsi le siège prépondérant du débit source du contact et le mécanisme d'accommodation s'effectue préférentiellement à la surface supérieure de la couche de débris formant le troisième corps adhérent aux composites. La surface des composites est protégée et le débit d'usure est faible.

La présence de nanotubes de carbone aux joints des grains semble fortement altérer la cohésion superficielle des composites au-delà de la transition de charge si bien que le débit source de l'échantillon devient plus important que celui du frotteur ce qui conduit à un troisième corps plus épais mais aussi à un débit d'usure plus élevé.

Par ailleurs, des enregistrements en émission acoustique ont été mis en place pour suivre l'évolution des mécanismes de dégradation du contact tout au long d'un essai. Deux populations d'évènements bien distinctes ont été observées selon les matériaux étudiés. Cependant, ces différentes réponses acoustiques se sont révélées fortement liées à la réponse dynamique du dispositif de fretting qui réagit comme un oscillateur à amortissement croissant à l'approche du grippage. Dans ces conditions, l'alumine est peu affectée par les forts gradients de vitesse alors que le composite avec NTC y réagit énergiquement.

Afin de compléter la connaissance de ces matériaux, leur comportement tribologique a ensuite été étudié dans des **conditions de glissement alternatif** à débattement imposé contre une bille en alumine de faible diamètre. Les alumines frittées naturelles présentent des coefficients de frottement bas et stables (0,25) jusqu'à l'apparition d'une transition de charge conduisant à des coefficients de frottement élevés ($> 0,6$). Cette transition est accompagnée d'une forte activité acoustique et se traduit par une forte usure à la fois des échantillons et de leurs frotteurs. Le film interfacial de débris est relativement épais mais pas assez endurant pour assurer une portance suffisante et limiter les interactions entre les deux corps en présence.

La présence de nanoparticules FeCr dans la matrice alumine frittée par SPS élimine l'apparition de la transition de charge et réduit notablement les coefficients de frottement jusqu'à des valeurs très basses (0,16) pour le composite ayant la plus forte

teneur (10%) en nanoparticules. L'usure en fin d'essai est réduite et les taux d'usure sont de l'ordre de grandeur de ceux obtenus en fretting. Le comportement tribologique du composite alumine-Fe-NTC présente des coefficients de frottement plus élevés (0,4) et une plus grande usure du frotteur comparativement aux composites alumine-FeCr, sans cependant conduire à la transition de charge observée sur les aluminés sans nanoparticules. Le classement établi en fretting est ainsi fortement modifié en glissement alternatif : les aluminés frittés naturelles s'avèrent moins performantes que les composites frittés SPS en glissement alternatif et le mécanisme de grippage précoce et brutal observé sur les composites avec NTC en fretting n'est pas observé en glissement alternatif.

Ce travail laisse entrevoir de nombreuses **perspectives**. En effet, le rôle des nanoparticules métalliques et des NTC sur les propriétés tribologiques n'est pas clairement établi. On a pu mettre en évidence des différences de comportement significatives dans l'établissement d'un film de troisième corps plus ou moins épais, liées à des modifications dans les débits sources et les débits d'usure. Cependant, ces différences proviennent fortement de la dynamique des systèmes de sollicitation et masquent probablement les mécanismes propres liés à la nature des matériaux en contact. Une manière de résoudre ce problème serait de réaliser des campagnes d'essais en fretting avec des fréquences et des débattements plus importants afin de modifier la réponse dynamique du système. Par ailleurs, l'apparition de transitions de charge bien marquées laisse présager un rôle de la microstructure des matériaux ainsi que des propriétés mécaniques, ou une combinaison de propriétés mécaniques, qui n'a pu être établie dans la présente étude. Des enregistrements systématiques par émission acoustique combinés à une analyse fine des paramètres énergétiques permettraient d'anticiper l'apparition et l'évolution des dégradations. Enfin, des analyses micromécaniques et physicochimiques des surfaces (AFM en mode multi friction et XPS) ont été initiées, mais n'ont pas été insérées dans ce mémoire. Ces analyses préliminaires visaient à identifier le comportement et la nature des couches nanométriques couvrant les échantillons. L'élimination par frottement de ces nanocouches pourrait expliquer les transitions de charges des aluminés en glissement alternatif. Ainsi, des essais en AFM conduits avec des microleviers rigides avec pointe diamant permettraient de solliciter en frottement localement la surface, c'est-à-dire au niveau d'un grain, d'un joint de grain, d'une nanoparticule, et de distinguer le comportement de chaque constituant avant la formation d'un troisième corps.

Annexe A

Principe de la microscopie à force atomique

Le microscope à force atomique fait partie de la famille des microscopes à champ proche, on y retrouve notamment le microscope à effet tunnel. Cette technique permet de réaliser des images topographiques à l'échelle nanométrique, voire atomique, pour certaines conditions opératoires. Les matériaux analysés peuvent être conducteurs ou isolants et étudiés dans différents milieux (gaz, liquides). Outre les informations topographiques, des informations sur les propriétés physiques de surfaces comme la rigidité, la viscoélasticité, l'adhésion, le frottement peuvent être mises en évidence. Le principe de la technique est d'utiliser les forces d'interaction (Van der Waals, Coulomb, magnétiques ou de frottement) entre une micropointe (tip) placée au bout d'un microlevier (cantilever) et les atomes de la surface du matériau à étudier. Les mouvements du microlevier (cantilever) sont détectés par la variation de réflexion sur des cellules photoélectriques d'un faisceau laser dirigé à son extrémité, et cela pour chaque position (X, Y) de l'échantillon (fig. A.1). Le balayage dans le plan (X, Y) de l'échantillon étant réalisé par l'intermédiaire d'une céramique piézoélectrique qui se dilate ou se contracte suivant la sollicitation électrique [Rugar 90, Meyer 92].

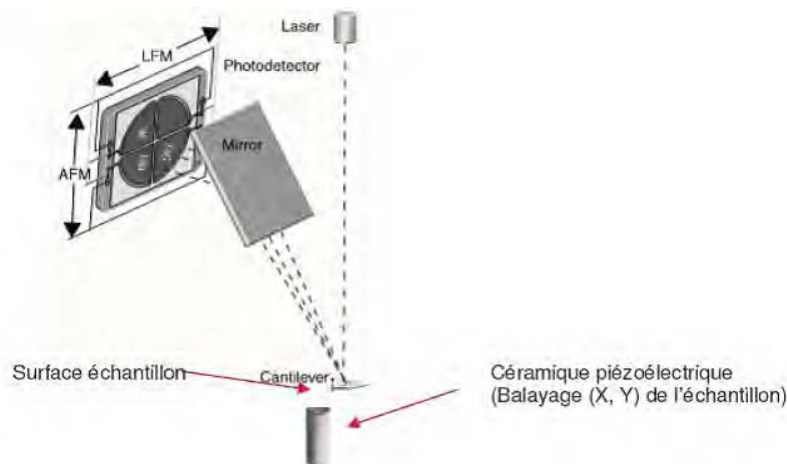


Figure A.1: Schéma de principe du microscope à force atomique [Shekhawat].

Plusieurs modes opératoires sont possibles suivant que la pointe est au contact de l'échantillon (mode contact), ou vient toucher par intermittence la surface à étudier en vibrant à sa fréquence de résonance (mode résonnant).

Le mode contact :

Les images sont réalisées à « force constante » entre la pointe et l'échantillon (ou mode hauteur). Ces conditions de « force constante » sont obtenues en maintenant la position du microlevier fixe grâce à un asservissement (PID) agissant sur la tension V_Z de la céramique piézoélectrique, la valeur de consigne (set-point) est une valeur en volts représentant la déflexion du faisceau laser pour une hauteur z donnée de l'échantillon. L'image topographique est ainsi reconstituée point par point (X, Y, Z). Outre les mesures de forces normales, il est possible d'étudier les forces latérales (friction) par la détection de la torsion du microlevier avec une direction de balayage perpendiculaire au microlevier. Le photodétecteur constitué de 4 quadrants permettra de détecter simultanément les mouvements verticaux (topographie) et horizontaux (friction). Ainsi les images topographiques et les images en forces latérales peuvent être recueillies simultanément (fig. A.2) [Rugar 90, Meyer 92].

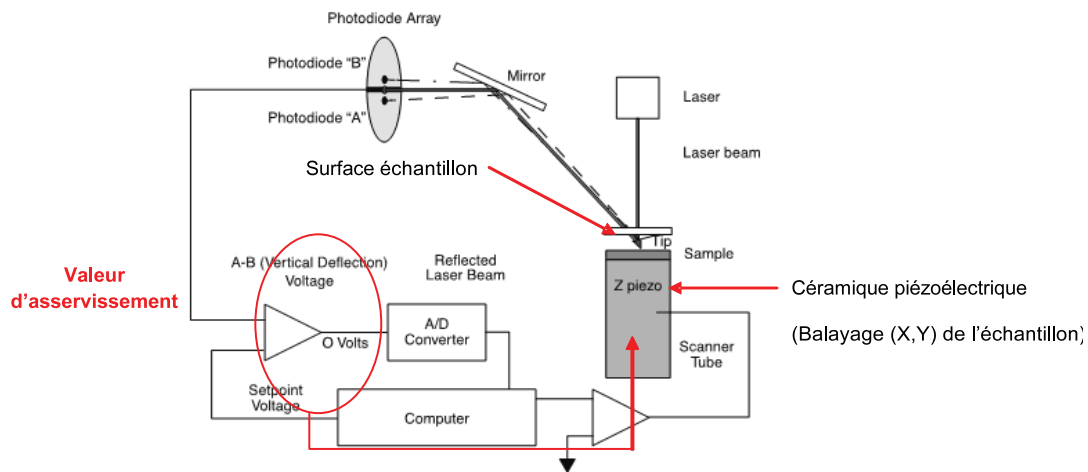


FIGURE A.2: Schéma de principe du mode contact [Shekhawat].

Le mode contact permet en plus de l'image topographique de réaliser des courbes de forces. Elles sont obtenues en mesurant la déflexion en fonction du déplacement en z de l'échantillon. Cette déflexion est proportionnelle à la force de contact. La figure A.3 illustre la morphologie d'une courbe force déflexion = f (déplacement).

1 : Le levier est loin de la surface.

2 : La pointe est très proche de la surface et la force d'attraction est suffisante pour attirer brusquement la pointe.

3 : Lorsque la pointe est au contact de la surface et que l'échantillon est en train de monter (le piézoélectrique se dilate) la flexion du levier augmente, ce qui entraîne la déflexion du faisceau laser (positive). Cette partie de courbe est souvent caractéristique des propriétés mécaniques de la surface étudiée.

5 : Libération du microlevier.



Dans ce mode le microlevier oscille à une fréquence proche de sa fréquence de résonance (fig. A.4). La pointe tapote de façon intermittente la surface de l'échantillon en évitant ainsi les effets de friction. La valeur de consigne est une valeur en volts représentant l'amplitude des oscillations du microlevier pour une hauteur z de l'échantillon. La variation d'amplitude est utilisée comme signal d'asservissement pour suivre la topographie de surface tout en maintenant l'amplitude constante. Ce mode d'acquisition permet d'avoir une meilleure résolution que le mode contact, car on s'affranchit des couches de contamination en les traversant et surtout on minimise les forces de friction qui altèrent la résolution latérale [Rugar 90, Meyer 92].



195

Outre les images morphologiques obtenues à partir des variations d'amplitude de l'oscillation au contact de l'échantillon, il est possible, en étudiant le déphasage du signal vibratoire avant contact et après contact de mettre en évidence de manière qualitative des variations locales des propriétés physico-chimiques (viscosité, élasticité) ou bien différentes interactions entre pointes et échantillons (interactions hydrophiles/hydrophobes...), liées à une variation de composition chimique. Ce déphasage est interprété comme une dissipation d'énergie au contact de l'échantillon. Ce type d'acquisition est appelé « contraste de phase » (fig. A.5) [Meyer 92].

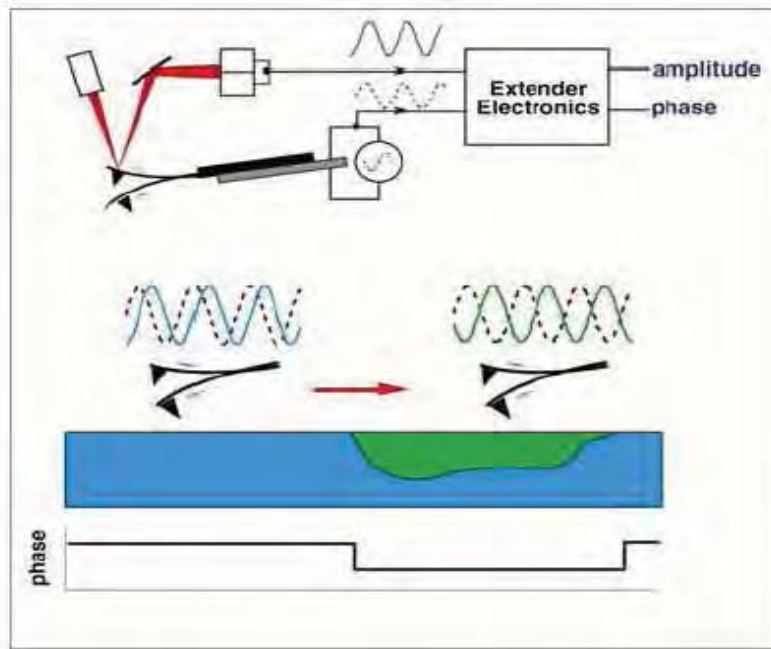


FIGURE A.5: Schéma de principe de la formation des images en contraste de phase [Shekhawat].

Le contraste des images « hauteur » ou « phase », pour un microlevier de raideur donnée, dépend directement du rapport (r_{sp}) entre l'amplitude libre (A_0) et l'amplitude A_{sp} imposée au contact (setpoint) :

$$r_{sp} = \frac{A_0}{A_{sp}}$$

Les valeurs de ce rapport correspondent indirectement à l'intensité de la force appliquée à la surface des échantillons.

On distingue trois types de sollicitations vibratoires (tapping) [Wang 03] :

- Si $0,80 < r_{sp} < 0,99$ on qualifera un tapping «léger »
- Si $0,60 < r_{sp} < 0,80$ on qualifera un tapping «modéré »
- Si $0,40 < r_{sp} < 0,60$ on qualifera un tapping «dur »

L'interprétation reste néanmoins difficile puisqu'une réponse du microlevier peut être le résultat de plusieurs types d'interactions avec l'échantillon. Toutefois en jouant sur

la valeur du rapport r_{sp} , on aura plutôt tendance à mettre en évidence des propriétés mécaniques (tapping dur) ou bien des propriétés physico-chimiques (tapping mou). De même, les valeurs de raideur du microlevier pourront jouer un rôle sur la phase, une raideur faible sera plus sensible aux forces d'adhésion, une raideur forte sera plus sensible au module élastique.

Synthèse sur les possibilités techniques des 2 modes dans le tableau A.1 ci-dessous :

TABLE A.1: Possibilités techniques du mode contact et mode résonant [Shekhawat].

Mode contact	Mode résonant
<i>Applications</i>	<i>Applications</i>
— Topographie (nm)	— Topographie (nm)
— LFM (Image en force latérale sensible au contraste chimique)	— Image de forces (interactions superficielles)
— Image de forces (interactions superficielles)	— Images en contraste de phases (propriétés mécaniques superficielles)
<i>Avantages</i>	<i>Avantages</i>
Vitesse de balayage élevée Grandes variations topographiques	Résolution spatiale élevée (pas de force latérale)
<i>Inconvénients</i>	<i>Inconvénients</i>
Distorsion des images par la force latérale Diminution de la résolution spatiale	Vitesse de balayage faible

Annexe B

Caractérisation par mesure d'émissions acoustiques

Le dispositif d'écoute d'émission acoustique de l'entreprise Euro Physical Acoustics est accompagné du logiciel de traitement de données AEwin. Le matériel est constitué d'un ordinateur munit d'une carte d'acquisition interne spécifique à l'étude des émissions acoustiques hautes fréquences. Cette carte possède deux voies d'acquisition prolongées à l'extérieur de l'unité centrale de l'ordinateur par des boîtiers de préamplification. Ces derniers ont un rôle d'adaptation en impédance, de filtrage de fréquences et surtout d'amplification du signal d'entrée avec des gains réglables de 0 à 60 dB. Dans la grande majorité des acquisitions sur des systèmes mécaniques, ce gain est fixé à 40 dB.

L'étape la plus importante qui précède l'acquisition des données est le couplage du capteur piézoélectrique au matériau étudié. Dans un premier temps, un couplant est appliqué pour réaliser une continuité de matière dense entre le capteur et le matériau (fig. B.1). Le couplant couramment utilisé pour les essais est un gel silicone pour sa facilité de déposition et de nettoyage.

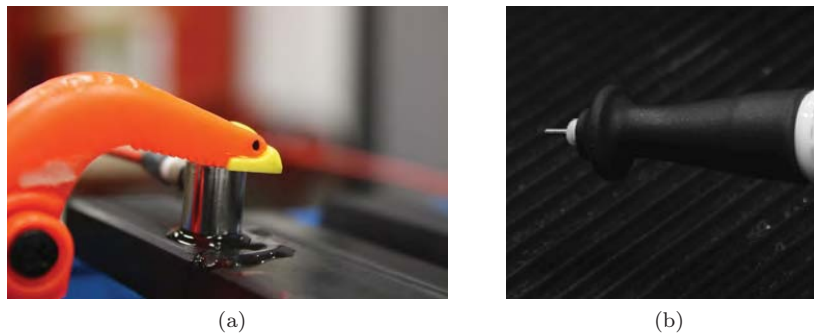


FIGURE B.1: (a) Couplage avec gel silicone, source Hsu-Nielsen (mine de crayon).

Par la suite, il est important d'évaluer la qualité du couplage par l'observation d'une source d'émission acoustique de type Hsu-Nielsen. Ce test est normalisé et s'effectue avec un critérium spécifique contenant des mines de 0,5 mm de diamètre et une dureté de type 2H. Une longueur standard de mine de crayon est poussée hors du critérium suite à 3 impulsions sur celui-ci. Par la suite, la mine est cassée sur l'échantillon d'étude par un mouvement de levier et permet ainsi de générer la source acoustique Hsu-Nielsen.

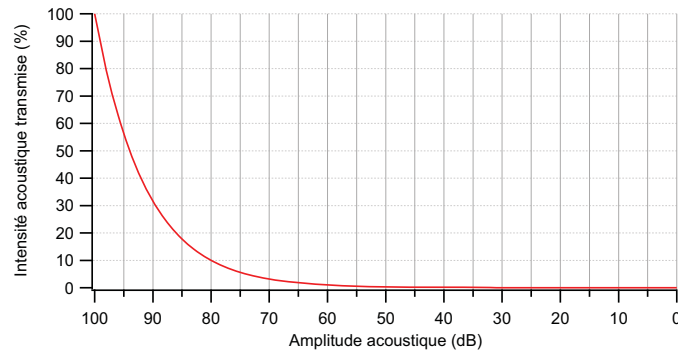


FIGURE B.2: Intensité acoustique transmise en fonction du gain mesuré lors du test de couplage.

Cette impulsion acoustique normalisée est mesurée après passage de l'onde dans la matière de l'échantillon, du couplant et de la céramique piézoélectrique du capteur. Le gain d'amplitude mesuré doit être au minimum supérieur à 90 dB, ce qui correspond approximativement à une atténuation du tiers de l'intensité générée par la source acoustique (fig. B.2).

Annexe C

Commande et réponse du dispositif de fretting

Le dispositif de fretting du laboratoire est défini comme étant un système à débattements “libres”, par opposition à un système à débattements “imposés”. Le fonctionnement à débattements imposés signifie que les efforts produits par le moteur sont modulés par asservissement pour maintenir un déplacement constant de fretting. Pour un système à débattements libres, il n’y a pas d’asservissement de la commande moteur.

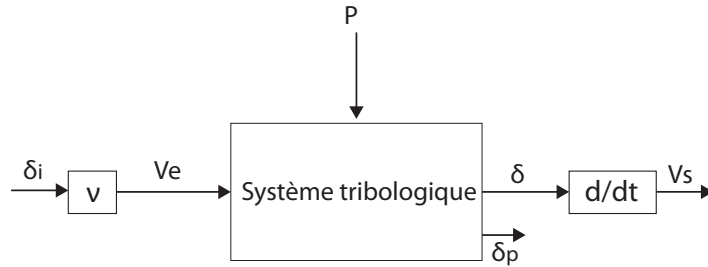


FIGURE C.1: Schémas fonctionnel de l’expérience de fretting.

Le système tribologique (fig. C.1) a pour entrée une commande de débattement δ_i , de type échelon, initialement fixée par l’opérateur avant le contact entre frotteur et contre face. Cette commande est traduite par le système motorisé possédant fréquence de débattement ν constante (fixée à 10 Hz) en vitesse d’entrée v_e . En sortie du système un débattement δ est obtenu, réponse temporelle qu’il est possible de traduire en vitesse de sortie v_s par dérivation. Le système tribologique est perturbé par un effort normal P et subit en conséquence une perte de débattement δ_p liée à l’énergie mécanique dissipée dans le contact frottant.

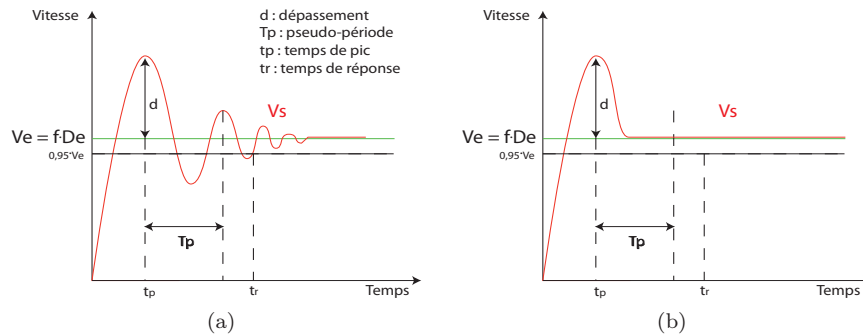


FIGURE C.2: (a) Réponse temporelle d’un système à faible amortissement, (b) réponse temporelle d’un système à fort amortissement.

Le dispositif de fretting est un système en boucle ouverte, du second ordre à faible amortissement (fig. C.2). Ainsi, les sorties du système sont reliées aux entrées par une équation du second ordre (éq. C.1). On définit alors le gain statique du système k_s , sa pulsation naturelle ω_n et son facteur d'amortissement z .

$$\frac{1}{\omega_n} \frac{d^2 v_s}{dt^2} + \frac{2z}{\omega_n} \frac{dv_s}{dt} + v_s = k_s \cdot v_e \quad (\text{C.1})$$

Le système étant considéré à faible amortissement, le facteur d'amortissement est inférieur à 1 et la réponse temporelle est alors de la forme :

$$v_s = k_s \cdot v_e \left[1 - \frac{1}{\sqrt{1-z^2}} e^{-z\omega_n t} \sin \left(\omega_n \sqrt{1-z^2} t + \arctan\left(\frac{\sqrt{1-z^2}}{z}\right) \right) \right] \quad (\text{C.2})$$

Bibliographie

- [An 03] J.-W. An, D.-H. You & D.-S. Lim. *Tribological properties of hot-pressed alumina-CNT composites*. Wear, vol. **255**, no. 1-6, pages 677 – 681, 2003. 14th International Conference on Wear of Materials.
- [AST 84] *Standard guide for determining the reproducibility of acoustic emission sensor response*, 1984.
- [Bajwa 05] S. Bajwa, W.M. Rainforth & W.E. Lee. *Sliding wear behaviour of SiC – Al₂O₃ nanocomposites*. Wear, vol. **259**, no. 1-6, pages 553 – 561, 2005. 15th International Conference on Wear of Materials.
- [Baranov 07] V. Baranov, E. Kudryavtsev, G. Sarycgev & V. Schavelin. *Acoustic emission in friction*. Elsevier, 2007.
- [Baughman 02] R.H. Baughman, A.A. Zakhidov & W.A. de Heer. *Carbon nanotubes - the route toward applications*. Science, vol. **297**, no. 5582, pages 787–792, 2002.
- [Beard 82] J. Beard. *An investigation into the mechanism of fretting fatigue*. PhD thesis, University of Salford, 1982.
- [Benmedakhene 99] S. Benmedakhene, M. Kenane & M.L. Benzeggah. *Initiation and growth of delamination in glass-epoxy composites subjected to static and dynamic loading by acoustic emission monitoring*. Composites Science and Technology, vol. **59**, pages 201–208, 1999.
- [Chen 01] G.X. Chen & Z.R. Zhou. *Study on transition between fretting and reciprocating sliding wear*. Wear, vol. **250**, no. 1-12, pages 665 – 672, 2001. 13th International Conference on Wear of Materials.
- [Chen 08] Y. Chen, D.-H. Riu & Y.-S. Lim. *Carbon nanotubes grown over Fe-Mo-Mg-O composite catalysts*. Metals and Materials International, vol. **14**, pages 385–390, 2008.
- [Chmielewski 07] M. Chmielewski & K. Pietrzak. *Processing, microstructure and mechanical properties of Al₂O₃-Cr nanocomposites*. Journal of the European Ceramic Society, vol. **27**, no. 2-3, pages 1273 – 1279, 2007. Refereed Reports IX Conference & Exhibition of the European Ceramic Society, IX Conference & Exhibition of the European Ceramic Society.
- [Cizeron 73] G. Cizeron. *Le frittage sous son aspect physico-chimique*. Extrait de l'industrie céramique, Institut de céramique française, 1973.
- [Comet 98] T. Comet & V. Poupon. *Conception d'un banc d'essai de fretting*. Projet de fin d'études, ENI de Tarbes, 1998.
- [Coscolluela 91] A. Coscolluela, J. Cagnoux & F. Collombet. *Uniaxial compression of alumina : Structure, microstructure and strain rate*. Journal de physique IV, vol. **1**, pages 109–116, 1991.
- [Curtin 04] W.A. Curtin & B.W. Sheldon. *CNT-reinforced ceramics and metals*. Materials Today, vol. **7**, no. 11, pages 44 – 49, 2004.
- [Dang-Van 93] K. Dang-Van. *Macro-micro approach in high-cycle multiaxial fatigue*. In D.L. McDowell & R. Ellis, éditeurs, *Advances in Multiaxial Fatigue*, ASTM STP 1191, pages 120 – 130. American Society for Testing and Materials, 2 edition, 1993.

- [Díaz 03] L.A. Díaz, A.F. Valdés, C. Díaz, A.M. Espino & R. Torrecillas. *Alumina/molybdenum nanocomposites obtained in organic media*. Journal of the European Ceramic Society, vol. **23**, no. 15, pages 2829 – 2834, 2003. Ceramic and Metal Interfaces.
- [de Portu 07] G. de Portu, S. Guicciardi, C. Melandri & F. Monteverde. *Wear behaviour of Al_2O_3 -Mo and Al_2O_3 -Nb composites*. Wear, vol. **262**, no. 11-12, pages 1346 – 1352, 2007.
- [Denape 05] J. Denape. *Nanocomposites céramiques pour l'industrie aéronautique*. Rapport technique, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes, 2005.
- [Devaux 91] X. Devaux, Ch. Laurent, M. Brieu & A. Rousset. *Propriétés microstructurales et mécaniques de nanocomposites à matrice céramique*. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris, vol. **312**, no. Série II, pages 1425–1430, 1991.
- [Dutta 06] A.K. Dutta, A.B. Chattopadhyaya & K.K. Ray. *Progressive flank wear and machining performance of silver toughened alumina cutting tool inserts*. Wear, vol. **261**, no. 7-8, pages 885 – 895, 2006.
- [Eden 11] E.M. Eden, W.N. Rose & F.L. Cunningham. *Endurance of metals*. In Proc. Inst. Mech. Eng., volume **4**, pages 839 – 974, 1911.
- [Estournès 06] C. Estournès. *Mise en forme de matériaux par frittage flash*. Techniques de l'ingénieur. Génie mécanique, vol. **BT1**, no. IN 56, pages 1–8, septembre 2006.
- [Falvo 97] M.R. Falvo, G.J. Clary, R.M. Taylor, V. Chi, F.P. Brooks, S. Washburn & R. Superfine. *Bending and buckling of carbon nanotubes under large strain*. Nature, vol. **389**, no. 6651, pages 582 – 584, October 1997.
- [Flahaut 00] E. Flahaut, A. Peigney, Ch. Laurent, Ch. Marlière, F. Chastel & A. Rousset. *Carbon nanotube-metal-oxide nanocomposites : microstructure, electrical conductivity and mechanical properties*. Acta Materialia, vol. **48**, no. 14, pages 3803–3812, 2000.
- [Fouvry 95] S. Fouvry, Ph. Kapsa & L. Vincent. *Analysis of sliding behaviour for fretting loadings : determination of transition criteria*. Wear, vol. **185**, no. 1-2, pages 35 – 46, 1995.
- [Fouvry 96] S. Fouvry, L. Vincent & Ph. Kapsa. *Quantification of fretting damage*. Wear, vol. **200**, no. 1-2, pages 186 – 205, 1996.
- [Fouvry 03] S. Fouvry, Ph. Kapsa & L. Vincent. A global methodology to quantify fretting damages, chapitre Fretting fatigue : advances in basic understanding and applications, pages 17 – 31. ASTM International, 2003.
- [German 96] R. M. German. Sintering theory and practice. Wiley-interscience publication, New York, 1996.
- [Gurt-Santanach 09] J. Gurt-Santanach. *Frittage réactif et consolidation par Spark Plasma Sintering d'alumines nanométriques et de nanocomposites métal-alumine ou nanotubes de carbone-métal-alumine*. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2009.
- [Gurt-Santanach 11] J. Gurt-Santanach, C. Estournès, A. Weibel, A. Peigney, G. Chevallier & Ch. Laurent. *Mechanical and tribological properties of Fe/Cr- Al_2O_3 nano/micro hybrid composites prepared by Spark Plasma Sintering*. Scripta Materialia, vol. **64**, pages 777 – 780, 2011.
- [Ji 02] Y. Ji & J.A. Yeomans. *Microstructure and mechanical properties of chromium and chromium/nickel particulate reinforced alumina ceramics*. Journal of Materials Science, vol. **37**, pages 5229–5236, 2002.
- [Jianxin 05] D. Jianxin, C. Tongkun & L. Lili. *Self-lubricating behaviors of Al_2O_3/TiB_2 ceramic tools in dry high-speed machining of hardened steel*. Journal of the European Ceramic Society, vol. **25**, no. 7, pages 1073 – 1079, 2005.
- [Johnson 85] K.L. Johnson. Contact mechanics. Cammbridge University Press, 1985.
- [Kim 10] S. Kim, W. Chung, K.S. Sohn, C.-Y. Son & S. Lee. *Improvement of wear resistance in alumina matrix composites reinforced with carbon nanotubes*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. **41**, pages 380–388, 2010.

- [Laurent 94] Ch. Laurent, X. Devaux & A. Rousset. *Elaboration and properties of metal-alumina nanocomposites*. Journal of High Temperature Chemical Processes, vol. **3**, pages 489–505, 1994.
- [Laurent 95] Ch. Laurent, Ch. Blaszczyk, M. Brieu & A. Rousset. *Elaboration, microstructure and oxidation behavior of metal-alumina and metal-chromia nanocomposite powders*. Nanostructured Materials, vol. **6**, no. 1-4, pages 317–320, 1995.
- [Laurent 98a] Ch. Laurent, A. Peigney, O. Dumortier & A. Rousset. *Carbon nanotubes-Fe-Alumina nanocomposites. Part II : microstructure and mechanical properties of the hot-pressed composites*. Journal of the European Ceramic Society, vol. **18**, no. 14, pages 2005–2013, 1998.
- [Laurent 98b] Ch. Laurent, A. Peigney, O. Quénard & A. Rousset. *Synthesis and mechanical properties of nanometric metal particles-ceramic matrix nanocomposites*. Silicates Industriels, vol. **63**, no. 5-6, pages 77–84, 1998.
- [Lee 03] S.W. Lee, C. Morillo, J. Lira-Olivares, S.H. Kim, T. Sekino, K. Niihara & B.J. Hockey. *Tribological and microstructural analysis of Al_2O_3/TiO_2 nanocomposites to use in the femoral head of hip replacement*. Wear, vol. **255**, no. 7-12, pages 1040 – 1044, 2003. 14th International Conference on Wear of Materials.
- [Lieberthal 01] M. Lieberthal & W.D. Kaplan. *Processing and properties of Al_2O_3 nanocomposites reinforced with sub-micron Ni and $NiAl_2O_4$* . Materials Science and Engineering A, vol. **302**, no. 1, pages 83 – 91, 2001.
- [Lim 05] D.-S. Lim, D.-H. You, H.-J. Choi, S.-H. Lim & H. Jang. *Effect of CNT distribution on tribological behavior of alumina-CNT composites*. Wear, vol. **259**, no. 1-6, pages 539 – 544, 2005. 15th International Conference on Wear of Materials.
- [Liu 06] H. Liu, C. Huang, J. Wang & X. Teng. *Fabrication and mechanical properties of $Al_2O_3/Ti(C_{0.7}N_{0.3})$ nanocomposites*. Materials Research Bulletin, vol. **41**, no. 7, pages 1215 – 1224, 2006.
- [Matsugi 04] K. Matsugi, H. Kuramoto, T. Hatayama & O. Yanagisawa. *Temperature distribution at steady state under constant current discharge in spark sintering process of Ti and Al_2O_3 powders*. Journal of Materials Processing Technology, vol. **146**, no. 2, pages 274 – 281, 2004.
- [Matteazzi 97] P. Matteazzi & M. Alcalà. *Mechanomaking of Fe/Al_2O_3 and $FeCr/Al_2O_3$ nanocomposites powders fabrication*. Materials Science and Engineering A, vol. **230**, no. 1-2, pages 161 – 170, 1997.
- [McDowell 53] J.R. McDowell. *Fretting corrosion tendencies of several combinations of materials*. In Symposium on Fretting Corrosion, STP 144, pages 24 – 39. American Society for Testing and Materials, 1953.
- [Mercier 08] B. Mercier. *Introduction aux techniques de nettoyage*. In Roscoff2008, 2008.
- [Meriaux 10] J. Meriaux, S. Fouvry, M. Boinet & J.-C. Lenain. *Identification of fretting fatigue crack propagation mechanisms using acoustic emission*. Tribology International, vol. **43**, pages 2166–2174, 2010.
- [Meyer 92] E. Meyer. *Atomic force microscopy*. Progress in Surface Science, vol. **41**, no. 1, pages 3 – 49, 1992.
- [Michalski 07] J. Michalski, T. Wejrzanowski, S. Gierlotka, J. Bielinski, K. Konopka, T. Kosmac & K.J. Kurzydowski. *The preparation and structural characterization of $Al_2O_3/Ni-P$ composites with an interpenetrating network*. Journal of the European Ceramic Society, vol. **27**, no. 2-3, pages 831–836, 2007. Refereed Reports IX Conference & Exhibition of the European Ceramic Society, IX Conference & Exhibition of the European Ceramic Society.

- [Mindlin 49] R.D. Mindlin. *Compliance of elastic bodies in contact*. Journal of Applied Mechanics (Trans. ASME), vol. **71**, pages 259 – 268, 1949.
- [Mishra 01] R.S. Mishra & A.K. Mukherjee. *Processing of high hardness-high toughness alumina matrix nanocomposites*. Materials Science and Engineering A, vol. **301**, no. 1, pages 97–101, 2001.
- [Mistou 00] S. Mistou. *Développement d'un élément fini de coque composite à double courbure pour l'implémentation d'une application orientée objet*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 2000.
- [Mo 05] C.B. Mo, S.I. Cha, K.T. Kim, K.H. Lee & S.H. Hong. *Fabrication of carbon nanotube reinforced alumina matrix nanocomposite by sol-gel process*. Materials Science and Engineering A, vol. **395**, no. 1-2, pages 124 – 128, 2005.
- [Moya 07] J.S. Moya, S. Lopez-Esteban & C. Pecharromán. *The challenge of ceramic/metal microcomposites and nanocomposites*. Progress in Materials Science, vol. **52**, no. 7, pages 1017 – 1090, 2007.
- [Nawa 98] M. Nawa, N. Bamba, T. Sekino & K. Niihara. *The effect of TiO₂ addition on strengthening and toughening in intragranular type of 12Ce – TZP/Al₂O₃ nanocomposites*. Journal of the European Ceramic Society, vol. **18**, no. 3, pages 209 – 219, 1998.
- [NF1 00] *Essais non destructifs, terminologie, Partie 9 : termes utilisés en contrôle par émission acoustique*, 2000.
- [NF4287 98] NF4287. *Spécification géométrique des produits (GPS). État de surface : méthode du profil. Termes, définitions et paramètres d'état de surface.*, 1998.
- [Niihara 93] K. Niihara, A. Nakahira & T. Sekino. *New nanocomposite structural ceramics*. In Nanophase and nanocomposite materials, volume **286** of *MRS Symposium Proceedings*, pages 405–412. Materials Research Society, 1993.
- [Njankeu 06] G.R. Yantio Njankeu, J.-Y. Paris, J. Denape, L. Pichon & J.-P. Riviere. *Study of seizure of coated and treated titanium alloy under fretting conditions*. Tribology International, vol. **39**, no. 10, pages 1052 – 1059, 2006. The Fourth International Symposium on Fretting Fatigue.
- [Nowell 94] D. Nowell & D.A Hills. *Mechanics of fretting fatigue*. Kluwer Academic Publishers, 1994.
- [Oh 98] S.-T. Oh, T. Sekino & K. Niihara. *Fabrication and mechanical properties of 5 vol. percent copper dispersed alumina nanocomposite*. Journal of the European Ceramic Society, vol. **18**, no. 1, pages 31 – 37, 1998.
- [Ortiz-Merino 05] J.L. Ortiz-Merino & R.I. Todd. *Relationship between wear rate, surface pullout and microstructure during abrasive wear of alumina and alumina/SiC nanocomposites*. Acta Materialia, vol. **53**, no. 12, pages 3345 – 3357, 2005.
- [Peigney 00] A. Peigney, Ch. Laurent, E. Flahaut & A. Rousset. *Carbon nanotubes in novel ceramic matrix nanocomposites*. Ceramics International, vol. **26**, no. 6, pages 677 – 683, 2000.
- [Peigney 10] A. Peigney, F. Legorreta Garcia, C. Estournès, A. Weibel & Ch. Laurent. *Toughening and hardening in double-walled carbon nanotube/nanostructured magnesia composites*. Carbon, vol. **48**, pages 1952–1960, 2010.
- [Rugar 90] D. Rugar & P. Hansma. *Atomic force microscopy*. Physics Today, vol. **43**, no. 10, pages 23–30, 1990.
- [Rul 04] S. Rul, F. Lefèvre-Schlick, E. Capria, Ch. Laurent & A. Peigney. *Percolation of single-walled carbon nanotubes in ceramic matrix composites*. Acta Materialia, vol. **52**, pages 1061–1067, 2004.
- [Sabeya 08] G.R. Yantio Njankeu Sabeya, J.-Y. Paris & J. Denape. *Fretting wear of a coated titanium alloy under free displacement*. Wear, vol. **264**, no. 3-4, pages 166 – 176, 2008.

- [Sallé 07] C. Sallé, A. Maître, J.F. Baumard, Y. Rabinovitch, C. Bogicevic, F. Karolak, H. Dammak & C. Estournès. *Étude du frittage non-conventionnel de céramiques de type YAG :Nd en présence d'ajout de silice*. Matériaux et Techniques, vol. **95**, pages 241–249, 2007.
- [Shekhawat] G. Shekhawat & V. David. *Digital instruments multimode. User manual*.
- [Siegel 01] R.W. Siegel, S.K. Chang, B.J. Ash, J. Stone, P.M. Ajayan, R.W. Doremus & L.S. Schadler. *Mechanical behavior of polymer and ceramic matrix nanocomposites*. Scripta Materialia, vol. **44**, no. 8-9, pages 2061 – 2064, 2001.
- [Stempflé 08] Ph. Stempflé, F. Pollet & L. Carpentier. *Influence of intergranular metallic nanoparticles on the fretting wear mechanisms of Fe – Cr – Al₂O₃ nanocomposites rubbing on Ti-6Al-4V*. Tribology International, vol. **41**, no. 11, pages 1009 – 1019, 2008. Tribological Contacts and Component Life : Proceedings of the 34th Leeds-Lyon Symposium on Tribology.
- [Sternitzke 97] M. Sternitzke, E. Dupas, P. Twigg & B. Derby. *Surface mechanical properties of alumina matrix nanocomposites*. Acta Materialia, vol. **45**, no. 10, pages 3963 – 3973, 1997.
- [Tomlinson 27] G.A. Tomlinson. *The rusting of steel surfaces in contact*. In Proceedings of Royal Society, volume **A115**, pages 472 – 483, 1927.
- [Turunen 06] E. Turunen, T. Varis, T.E. Gustafsson, J. Keskinen, T. Fält & S.-P. Hannula. *Parameter optimization of HVOF sprayed nanostructured alumina and alumina-nickel composite coatings*. Surface and Coatings Technology, vol. **200**, no. 16-17, pages 4987 – 4994, 2006.
- [Ural 09] G. Ural, J.-Y. Paris & J. Denape. *Rôle des nanoparticules et /ou de nanotubes de carbone sur le comportement en fretting de composites à matrice alumine*. In Conception, Fabrication et Durabilité, 2009.
- [Vincent 92] L. Vincent, Y. Berthier & M. Godet. Testing methods in fretting fatigue : A critical appraisal. Numeéro **1159**. ASTM International, 1992.
- [Vingsbo 88] O. Vingsbo & S. Söderberg. *On fretting maps*. Wear, vol. **126**, pages 131–147, 1988.
- [Wang 00] H.Z. Wang, L. Gao & J.K. Guo. *The effect of nanoscale SiC particles on the microstructure of Al₂O₃ ceramics*. Ceramics International, vol. **26**, no. 4, pages 391 – 396, 2000.
- [Wang 03] Y. Wang, R. Song, Y. Li & J. Shen. *Understanding tapping-mode atomic force microscopy data on the surface of soft block copolymers*. Surface Science, vol. **530**, no. 3, pages 136 – 148, 2003.
- [Wang 04] X. Wang, N.P. Padture & H. Tanaka. *Contact-damage-resistant ceramic/single-wall carbon nanotubes and ceramic/graphite composites*. Nature Materials, vol. **3**, no. 8, pages 539 – 544, 2004.
- [Warlow-Davies 41] E.J. Warlow-Davies. *Fretting corrosion and fatigue strength*. In Proceedings of Institut of Mechanical Engineering, volume **146**, pages 32 – 38, 1941.
- [Waterhouse 72] R.B. Waterhouse. Fretting corrosion, volume **10**. Pergamon Press, 1972.
- [Xia 04] Z. Xia, L. Riester, W.A. Curtin, H. Li, B.W. Sheldon, J. Liang, B. Chang & J.M. Xu. *Direct observation of toughening mechanisms in carbon nanotube ceramic matrix composites*. Acta Materialia, vol. **52**, no. 4, pages 931 – 944, 2004.
- [Xia 08] Z.H. Xia, J. Lou & W.A. Curtin. *A multiscale experiment on the tribological behavior of aligned carbon nanotube/ceramic composites*. Scripta Materialia, vol. **58**, pages 223–226, 2008.
- [Xu 99] C.L. Xu, B.Q. Wei, R.Z. Ma, J. Liang, X.K. Ma & D.H. Wu. *Fabrication of aluminum-carbon nanotube composites and their electrical properties*. Carbon, vol. **37**, no. 5, pages 855 – 858, 1999.

- [Yamamoto 08] G. Yamamoto, M. Omori, K. Yokomizo, T. Hashida & K. Adachi. *Structural characterization and frictional properties of carbon nanotube/alumina composites prepared by precursor method*. Materials Science and Engineering : B, vol. **148**, no. 1-3, pages 265 – 269, 2008. First International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC) in conjunction with the Second International Conference on Joining Technology for new Metallic Glasses and Inorganic Materials (JTMC).
- [Yantio 07] G. Yantio. *Comportement tribologique d'un alliage titane traité et / ou revêtu en fretting à débattement libre*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes, Tarbes, 2007.
- [Yantio 09] G.R. Yantio, J.-Y. Paris & J. Denape. *Utility of a fretting device working under free displacement*. Tribology International, vol. **42**, no. 9, pages 1330 – 1339, 2009. Special Issue : Fifth International Symposium on Fretting Fatigue.
- [Yeomans 08] J.A. Yeomans. *Ductile particle ceramic matrix composites - Scientific curiosities or engineering materials ?* Journal of the European Ceramic Society, vol. **28**, no. 7, pages 1543 – 1550, 2008. Developments in Ceramic Science and Engineering : the last 50 years. A meeting in celebration of Professor Sir Richard Brook's 70th Birthday.
- [Zambelli 98] G. Zambelli & L. Vincent. *Matériaux et contacts - une approche tribologique*. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1998.
- [Zavaliangos 04] A. Zavaliangos, J. Zhang, M. Krammer & J.R. Groza. *Temperature evolution during field activated sintering*. Materials Science and Engineering : A, vol. **379**, no. 1-2, pages 218 – 228, 2004.
- [Zhan 03] G.-D. Zhan, J.D. Kuntz, J. Wan & A.K. Mukherjee. *Single-wall carbon nanotubes as attractive toughening agents in alumina-based nanocomposites*. Nat Mater, vol. **2**, no. 1, pages 38 – 42, 2003.
- [Zhang 08] H. Zhang, Y. Chen, S.-S. Kim & Y.-S. Lim. *Effects of ammonia in catalytic chemical vapor deposition in the synthesis of carbon nanotubes*. Metals and Materials International, vol. **14**, pages 269–273, 2008.

Titre de la thèse : Performance en frottement de composites alumine-métal avec ou sans nanotubes de carbone densifiés par frittage flash : Identification des conditions de grippage et des mécanismes d'usure.

Résumé : Des composites à matrice alumine contenant des nanoparticules métalliques (FeCr ou Fe) avec ou sans nanotubes de carbone (NTC) et densifiés par frittage flash (Spark Plasma Sintering, SPS) ont été étudiés dans des conditions de frottement oscillant de faible amplitude (fretting-usure) et de glissement alternatif.

Un dispositif de fretting à débattement non imposé a été utilisé pour permettre aux matériaux en contact de s'adapter librement afin de simuler et d'identifier le phénomène de grippage dans différentes conditions de chargement (constant, progressif, avec ou sans ouverture de contact). Une modélisation paramétrique a permis de définir précisément les coefficients de frottement, les seuils de grippage et les énergies dissipées dans le contact. Les résultats obtenus présentent de grandes similitudes à faibles charges, mais on constate systématiquement une transition de charge brutale conduisant à une forte dégradation des composites avec NTC juste avant un grippage prématuré. Un dispositif d'acquisition d'émission acoustique a été utilisé sur certains essais pour identifier et suivre *in situ* les différentes phases de dégradation observées au cours du frottement.

Des essais complémentaires en glissement alternatif, avec débattements imposés, ont également été réalisés afin de préciser le comportement en usure des composites étudiés. L'ensemble des résultats de fretting et de glissement ont permis de hiérarchiser les performances tribologiques des différents composites et conduit à l'identifier l'évolution des mécanismes d'usure en relation avec la présence d'un tribofilm à l'interface de contact.

Mots-clés : Grippage, usure, fretting, glissement alternatif, composites alumine-métal, nanotubes de carbone, émission acoustique.

Title of thesis: Friction performance of alumina-metal composites with or without carbon nanotubes compacted by spark plasma sintering: Identification of seizure conditions and wear mechanisms.

Abstract: Alumina matrix composites containing metal nanoparticles (Fe or FeCr) with or without carbon nanotubes (CNT) densified by spark plasma sintering (SPS) were studied under low amplitude oscillating friction conditions (fretting-wear) and reciprocating sliding.

A free displacement fretting machine was used to enable contact materials to adapt freely to simulate and identify the seizure phenomenon under different loading conditions (constant, progressive, with or without contact aperture). Parametric modeling has helped to define precisely friction coefficients, seizure thresholds and dissipated energy in the contact. The results are very similar at low loads, but there is always a sharp transition at higher loads leading to severe degradation of composites with CNT just before an early seizure. An acquisition instrument of acoustic emission has been used during several tests to identify and monitor *in situ* different stages of degradation observed during friction.

Additional tests under reciprocating sliding with imposed displacements have also been made for further understanding of wear behavior of composites. The overall results of fretting and reciprocating sliding helped to prioritize the tribological performances of different composites and lead to identify changes in wear mechanisms in relation with occurrence of a tribofilm in the contact interface.

Keywords: Seizure, wear, fretting, reciprocating sliding, alumina-metal composites, carbon nanotubes, acoustic emission.